

Université de Sherbrooke

Faculté de Génie

Département Génie Civil

PROTOCOLE POUR ÉVALUER LA DURABILITÉ DES MÉLANGES DE SÉDIMENTS
CIMENTÉS FACE AUX ATTAQUES SULFATIQUES.

Mémoire de maîtrise

Spécialité Génie Civil

Mohamed Mahmoud Adedoud

Membres du jury d'examen :

Patrice Rivard : Directeur de recherche.

Mathieu Nuth : Rapporteur

Saeed Kharaghani

Résumé

Les sédiments de dragage sont des matériaux prélevés au fond des plans d'eau, la majorité du temps pour faciliter le chemin pour les navigateurs ou pour l'agrandissement d'ouvrages portuaires. Les maîtres d'œuvre sont confrontés à une problématique de gestion de ces matériaux, soit par un enfouissement dans des sites spécifiques, soit par une immersion en mer lorsque les sédiments sont non contaminés. Une troisième piste de solution est de plus en plus utilisée : une valorisation des sédiments de dragage en génie civil comme matériaux alternatifs. Cette utilisation requiert une caractérisation physico-chimique pour l'évaluation de leurs teneurs en contaminants, afin de déterminer un traitement approprié pour isoler la matrice des contaminants loin du milieu extérieur, et ainsi pour pouvoir les incorporer dans des mélanges à base de ciment. C'est dans un contexte de développement durable que s'inscrit cette voie de gestion. Elle apporte des avantages économiques par la réduction des coûts de charges et d'enfouissements des sédiments, ainsi que par le développement d'une nouvelle source de matériaux substituant ceux conventionnellement utilisés dont les stocks sont en diminution.

La valorisation des sédiments de dragage comme matériaux alternatifs en génie civil pose la question sur leur durabilité, ce qui fait l'objet d'essais de performance à long terme (attaque aux sulfates, pénétration des ions chlorures, effet d'écaillage, gel/dégel). La problématique de durabilité des mélanges ciment-sédiments face aux attaques aux sulfates est l'objet de cette étude. Pour évaluer cette influence, un protocole d'essais définissant le mode d'exposition au sulfate, la durée des essais, les grandeurs de mesure de dégradation est indispensable. Un protocole adapté, basé sur les normes ASTM C 452 et ASTM C 1012, avec une reproduction des conditions d'exposition *in-situ*, a été élaboré. Dans ce projet, on a utilisé des sédiments de dragage en provenance de trois ports différents des Iles de la Madeleine (IDM) : Grosse-Île, Pointe-Basse et Millerand. Un programme expérimental incluant l'élaboration de cinq formulations de mortiers de ciments à base de sédiments et la fabrication de 25 cylindres (125*50mm), 32 barres (25*25*285mm) et 25 cubes (50*50mm) :

- REF : formulation des échantillons de référence.
- ESA : formulation de l'attaque sulfatique externe.
- ISA (ISA3, ISA5 et ISA10) : trois formulations (ayant respectivement 3%, 5% et 10% en gypse) évaluant l'attaque sulfatique interne.

En plus des mesures de résistances mécaniques (f_c et f_t), on a procédé à des mesures d'expansion et de variation de masse, ainsi que des essais non destructifs basés sur l'acoustique linéaire (*Ultrasonic Pulse Velocity*) et l'acoustique non linéaire (*Nonlinear Impact Resonance Acoustic Spectroscopy*). Des analyses microstructurales ont également été réalisées (MEB et DRX).

À la lumière des résultats des différents essais, on a pu retirer les conclusions suivantes :

Pour les résultats de mesure de l'expansion, ESA ont montré une expansion de 0.35% à 28 semaines. Les gâchées ISA ont indiqué une faible expansion comparativement aux ESA. Les résultats d'essais de résistance à la compression des gâchées ESA ont montré une diminution avec le temps en perdant 10 MPa de sa valeur entre 12 semaines et 28 semaines. ISA10 a indiqué l'expansion la plus élevée parmi les ISA, de 0.05% à 26 semaines. La mesure de la vitesse UPV a permis de classer la qualité des différentes gâchées, comme étant bonne. L'évaluation par la technique NIRAS n'a pas détecté un décalage fréquentiel important pour les différentes gâchées. Les signes de détérioration visuels ont été visualisés sur les gâchées ESA seulement caractérisées par des fissures apparentes.

Les analyses microstructurales ont prouvé la présence des aiguilles d'ettringite par la technique du MEB et une présence des pics d'ettringite et de gypse dans les diffractogrammes de la DRX selon chaque

gâchée. Cela explique la formation de gypse et d'ettringite dans les interfaces sédiments-grains de ciments de ces gâchées.

Le protocole développé a permis une définition du mode d'exposition aux deux types d'attaque sulfatique (ESA et ISA) avec deux sources différentes (définies par les normes ASTM C 452 et ASTM C 1012). Il a pu soumettre les mélanges à des conditions sévères de sulfates pour accélérer la dégradation avec quelques approches des conditions réelles d'exposition.

Les résultats de ISA10 montrent une importante formation de gypse et d'ettringite pour cette gâchée, pouvant réduire la qualité d'un traitement sédiments-ciments ou produire une ISA. C'est bien la raison pour laquelle la limite de teneur en gypse dans un mélange ne doit pas dépasser 5%. La gâchée ESA montre une faible résistance aux sulfates, expliquait par la sévérité de la source de sulfate Na_2SO_4 plus nuisible que le gypse.

Mots clés : Durabilité des bétons, sédiments de dragage, acoustique non linéaire, attaque sulfatique externe, attaque sulfatique interne.

Remerciements

Je tiens à remercier mon directeur de recherche Patrice Rivard pour son aide précieuse, ses encadrements et le partage de ses connaissances le long de ma formation. C'est un grand honneur d'avoir travaillé avec Patrice au sein de son équipe de recherche ainsi d'avoir m'accorder sa confiance.

Je remercie tout particulièrement, les membres de jury d'examen de mon mémoire, Mathieu Nuth et Saeed Kharagani pour leurs remarques visant à améliorer le contenu de ce travail.

Je tiens aussi à remercier le Conseil de Recherches en Sciences Naturelles et en Génie du Canada (CRSNG) et le groupe Pangeos pour leur appui financier sans lequel ce projet ne pourrait être accompli.

Mes sincères remerciements et ma profonde gratitude à mes collègues : Mohammed Cherif, Samuel Faucon, Azouz Aarab, Marwan Khashila, Elhadramy Oubeid et Adam Ali pour leurs soutiens et encouragements continus.

Je tiens aussi à remercier Serge Kodjo, et les techniciens de notre groupe de recherche, Ghislaine Luc et Danic Charbonneau pour leurs soutiens lors de la réalisation de la phase expérimentale de ce projet.

Mes remerciements vont également aux autres membres du groupe GRAI : Adrien, Suren, Nicolas, Hamza, Jihene, Chouaib.

Merci aussi aux départements de Génie Civil de notre université, aux membres du groupe de béton de l'UdeS pour leurs collaborations.

Finalement, je dédie ce travail à tous les membres de ma famille pour leurs aides et appui continus durant mes études et particulièrement ma mère Mint Adebba.

Table des matières

Résumé.....	ii
Remerciements	iv
Liste des figures.....	viii
Liste des tableaux.....	x
CHAPITRE 1 : INTRODUCTION	1
1.1. Mise en contexte.....	1
1.2. Problématique.....	2
1.3. Objectifs.	4
1.4. Organisation du mémoire.	4
CHAPITRE 2 : REVUE DE LITTÉRATURE	5
2.1. Les sédiments.....	5
2.1.1. Définition et origine.....	5
2.1.2. Types de sédiments	5
2.1.3. Contamination dans les sédiments.	5
2.1.4. Modes de gestion	6
2.1.5. Contexte règlementaire.	9
2.1.6. Traitement des sédiments.....	10
2.2. Attaques aux sulfates.	14
2.2.1. Degré d'exposition	14
2.2.2. Processus réactionnels.....	15
2.2.3. Attaque sulfatique externe (ESA).	16
2.2.3.1. Influence du rapport E/C.....	17
2.2.3.2. Type de ciment.....	18
2.2.3.3. Teneur en ciment et en C ₃ A dans le béton.....	19
2.2.3.4. Pourcentage en C ₃ S	20
2.2.4. Attaque sulfatique interne (ISA).....	21
2.2.4.1. Ettringite primaire	21
2.2.4.2. Ettringite secondaire	21
2.2.4.3. Ettringite de formation différée	22
2.2.4.3.1. Effet d'élévation de la température.....	23
2.2.4.3.2. Effets de la formulation du béton	25

2.2.4.3.3. Cycles de mouillage/séchage.	27
2.3. Protocoles d'attaques sulfatiques.....	28
2.4. Conclusion	39
CHAPITRE 3 : EXPÉRIMENTATION	41
3.1. Introduction	41
3.2. Fabrication des mortiers.	41
3.2.1. Matériaux des mélanges.	41
3.2.2. Formulations.	42
3.2.2.1. Formulation <i>ESA</i>	42
3.2.2.2. Formulations pour <i>ISA</i>	42
3.2.2.3. Formulation des spécimens de référence.	43
3.2.3. Modes de malaxage.	43
3.2.4. Polissage des surfaces.	44
3.3. Protocole d'attaque sulfatique	44
3.3.1. Protocole <i>ESA</i>	45
3.3.2. Protocole <i>ISA</i>	46
3.3.3. Cycles de mouillage/séchage.....	47
3.4. Essais de caractérisation	48
3.4.1. Mesure d'expansion et du retrait.....	48
3.4.2. Essai de compression.....	49
3.4.3. Essai Brésilien	50
3.4.4. Technique de la vitesse d'impulsion ultrasonore (UPV).....	50
3.4.5. Technique de NIRAS (Nonlinear Impact Resonance Acoustic Spectroscopy).....	51
3.4.6. Analyses microstructurales.....	53
CHAPITRE 4 : RÉSULTATS ET DISCUSSIONS	54
4.1. Caractérisation initiale des sédiments.	54
4.1.1. Analyse granulométrique.	54
4.1.2. Perte au feu.	57
4.1.3. Diffraction par rayons X.....	58
4.1.4. Teneur en sulfate.....	58
4.2. Expansion et variation de masse.....	59
4.3. Essais destructifs.	64
4.3.1. Résistance à la compression	64

4.3.2.	Résistance à la traction indirecte	65
4.4.	Résultats des essais Non-Destructifs.....	66
	4.4.1. UPV	66
	4.4.2. NIRAS.	69
4.4.2.1.	ESA.....	69
4.4.2.2.	ISA 3 %.....	74
4.4.2.3.	ISA 5%.....	79
4.4.2.4.	ISA 10%.....	84
4.4.2.5.	REF.....	86
4.4.2.6.	Comparaison entre les résultats de NIRAS.....	89
4.5.	Analyse microstructurale	92
4.5.1.	DRX	93
4.5.2.	Microscopie électronique à balayage.....	97
CONCLUSION		100
RÉFÉRENCES		103
ANNEXES		106

Liste des figures

Figure 1 : Cheminement d'une gestion des sédiments (Couvidat, 2015.)	7
Figure 2 : : Différentes techniques d'inertage (Agostini, 2006).	11
Figure 3 : Exemple de deux sols avant traitement et après traitement (ITRC, 2012).	12
Figure 4 : : Différents types de traitement physico-chimiques (Agostini, 2006).	13
Figure 5 : Exemples de deux rapports E/C exposés à une solution de sulfate (a)0.5 et (b) 0.39 (Edward, 1997).	17
Figure 6 : Deux exemples d'une ESA : à gauche E/C= 0.7 et à droite E/C = 0.4. (Hartell, 2008)	18
Figure 7 : Evaluation visuelle de détérioration par ESA en fonction du type de ciment et le rapport E/C. (Edward, 1997)	19
Figure 8 : Vitesse de dégradation en fonction de la teneur en ciment et en C ₃ A (Edward, 1997) et (Gagné, 2018)	20
Figure 9 : Expansion des mortiers de ciments en fonction de la teneur en SO ₃ (Duggan et Scott, 1986).	22
Figure 10 : Conditions d'apparition de la DEF pour ISA (Colleparadi, 2003).	23
Figure 11 : Ettringite formée entre l'interface ciment-granulat (LCPC, 2010.)	24
Figure 12 : Effets de température sur la concentration en ions de sulfate (Barbarulo, 2002).	24
Figure 13 : Courbe d'expansion en fonction du temps (jours) (Lewis, 1996).	25
Figure 14 : Expansion des deux formulations : BS50-20WD avec des cycles de mouillage/séchage, et BS50-20 avec une conservation continue dans l'eau. (Leklou et al., 2018).	28
Figure 15 : Evolution de l'expansion en fonction du temps avec une variation de concentrations en sulfate (El Hachem Ibrahim, 2018).	32
Figure 16 : Schéma explicatif d'une semi-immersion (Scherer, 2004).	33
Figure 17 : Effets de variation de pH sur la résistance en compression du béton (Brown, 1981).	36
Figure 18 : Différents protocoles d'essais ESA (Irassar et Gonzalez, 1997).	37
Figure 19 : Tour de polissage utilisé.	44
Figure 20 : Etuve de séchage.	48
Figure 21: Montage de calcul d'allongement.	49
Figure 22: Presse utilisée pour l'essai de compression	49
Figure 23: Presse utilisée pour l'essai Brésilien.	50
Figure 24: Montage utilisé pour la technique UPV.	51
Figure 25: Courbes amplitudes en fonction de fréquences	52
Figure 26: Réalisation de la technique NIRAS.	52
Figure 27 : Courbe granulométrique - sédiments contaminés.	55
Figure 28 : Courbe granulométrique - sédiments propres.	57
Figure 29 : signes de détérioration des barres ESA	59
Figure 30 : Expansion des barres ESA	60
Figure 31 : Variation de masse ESA	61
Figure 32 : Variation de l'allongement en fonction de la masse pour ESA.	61
Figure 33 : Expansion des barres ISA.	62
Figure 34 : Variation de masse ISA.	63
Figure 35 : Variation de l'allongement en fonction de la masse des ISA.	64
Figure 36 : Essai de résistance en compression (ESA, ISA3, ISA5, ISA10, REF).	65
Figure 37 : Résultats de l'essai de résistance en traction (ESA, ISA3, ISA5, ISA10, REF).	66

Figure 38 : Résultats UPV pour ESA.....	67
Figure 39 : UPV en fonction de l'expansion pour ESA	67
Figure 40 : Résultats UPV - ISA.	68
Figure 41 : UPV en fonction de l'expansion pour ISA.	69
Figure 42 : Résultat NIRAS pour ESA-1 à 20 semaines.	70
Figure 43 : Résultat NIRAS pour ESA-1 à 32 semaines.	71
Figure 44 : Résultat NIRAS pour ESA-3 à 20 semaines.	72
Figure 45 : Résultat NIRAS pour ESA-3 à 32 semaines.	73
Figure 46 : Résultat NIRAS pour ISA3-1 à 16 semaines.	75
Figure 47 : Résultat NIRAS pour ISA3-1 à 30 semaines.	76
Figure 48 : Résultat NIRAS pour ISA3-3 à 16 semaines.	77
Figure 49 : Résultat NIRAS pour ISA3-3 à 30 semaines.	78
Figure 50 : Résultat NIRAS pour ISA5-2 à 16 semaines.	80
Figure 51 : Résultat NIRAS pour ISA5-2 à 30 semaines.	81
Figure 52 : Résultat NIRAS pour ISA5-3 à 16 semaines.	82
Figure 53 : Résultat NIRAS pour ISA5-3 à 30 semaines.	83
Figure 54 : Résultat NIRAS pour ISA10-1 à 12 semaines.	85
Figure 55 : Résultat NIRAS pour ISA10-1 à 16 semaines.	85
Figure 56 : Résultat NIRAS pour REF-3 à 8 semaines.....	87
Figure 57 : Résultat NIRAS pour REF-3 à 30 semaines.....	88
Figure 58 : Fréquence de résonance des différentes formulations (REF, ESA, ISA3, ISA5, ISA10).	90
Figure 59 : Module dynamique pour les différentes formulations (REF, ESA, ISA3, ISA5, ISA10).	91
Figure 60 : Diffractogramme de ESA et REF.	93
Figure 61 : Diffractogramme de ISA3.	94
Figure 62 : Diffractogramme de ISA5 et REF.	95
Figure 63 : Diffractogramme de REF et ISA10	96
Figure 64 : Diffractogramme des trois gâchées (ISA3, ISA5, ISA10).	97
Figure 65 : MEB sur ESA.....	98
Figure 66: MEB sur ISA3	98
Figure 67 : MEB sur ISA5.....	99
Figure 68 : MEB sur ISA10.....	99
Figure 69 : MEB sur REF.....	99
Figure 70: Résultats MEB pour ESA à 12 semaines.	107
Figure 71: Résultats MEB pour ISA3 à 12 semaines.	109
Figure 72: Résultats MEB pour ISA5 à 12 semaines.	111

Liste des tableaux

Tableau 1 : Classe d'exposition aux sulfates, avec des recommandations pour E/C et f_c minimaux. ..	14
Tableau 2 : Différents modes d'exposition aux sulfates.....	15
Tableau 3 : Protocole ASTM C 1012	29
Tableau 4 : Répartition de la concentration affectant l'endommagement du béton et générant la formation d'ettringite et de gypse (Ragoug, 2016).	32
Tableau 5 : Protocole ASTM C 452	38
Tableau 6 : Protocole d'essais ISA (Genoves et Soriano, 2015).....	39
Tableau 7 : Propriétés chimiques du ciment GU.....	41
Tableau 8: Formulation du ESA	42
Tableau 9: Formulations ISA.....	42
Tableau 10: Formulation des spécimens de référence.	43
Tableau 11: Protocole ESA.....	46
Tableau 12: Protocole ISA	47
Tableau 13 : Analyse granulométrique des sédiments contaminés.....	55
Tableau 14 : Analyse granulométrique des sédiments propres.	56
Tableau 15: Résultats d'essai perte au feu sur les sédiments contaminés.	57
Tableau 16 : Résultats d'essai perte au feu sur les sédiments propres.....	58
Tableau 17 : Teneur en sulfate pour les sédiments propres.	59
Tableau 18 : Fréquence de résonance et module dynamique de ESA	74
Tableau 19 : Module dynamique et fréquence de résonance de ISA3.	79
Tableau 20 : Module dynamique et fréquence de résonance de ISA5.	84
Tableau 21 : Module dynamique et fréquence de résonance de ISA10	86
Tableau 22 : Module dynamique et fréquence de résonance de REF.....	89
Tableau 23 : Moyenne expansion ESA.....	106
Tableau 24 : Moyenne masse ESA.....	106
Tableau 25 : Résultats résistance à la compression ESA	106
Tableau 26 : : Résultats résistance à la traction ESA	106
Tableau 27 : Résultats UPV de ESA.....	106
Tableau 28: Fréquence de résonance et module d'élasticité dynamique de ESA.....	107
Tableau 29 : Moyenne expansion ISA3.....	108
Tableau 30: Moyenne masse ISA3.....	108
Tableau 31 : Résultats résistance à la compression ISA3	108
Tableau 32 : Résultats résistance à la traction ISA3	108
Tableau 33: Résultats UPV de ISA3.....	108
Tableau 34: Fréquence de résonance et module d'élasticité dynamique de ISA3.....	109
Tableau 35 : Moyenne expansion ISA5.....	110
Tableau 36: Moyenne masse ISA5.....	110
Tableau 37: Résultats résistance à la compression ISA5	110
Tableau 38: Résultats résistance à la traction ISA5	110
Tableau 39: Résultats UPV de ISA5.....	110
Tableau 40: Fréquence de résonance et module d'élasticité dynamique de ISA5.....	111
Tableau 41 : Moyenne expansion ISA10	112
Tableau 42: Moyenne masse ISA10.....	112

Tableau 43 : Résultats résistance à la compression ISA10	112
Tableau 44: Résultats résistance à la traction ISA10.....	112
Tableau 45: Résultats UPV de ISA10.....	113
Tableau 46 : Fréquence de résonance et module d'élasticité dynamique de ISA10.....	113

CHAPITRE 1 : INTRODUCTION

1.1. Mise en contexte.

Les sédiments de dragage sont des géomatériaux extraits du fond d'un plan d'eau, fort intéressants sur le plan économique et dans un contexte de développement durable. L'opération de dragage est indispensable pour le bon fonctionnement des infrastructures portuaires en rétablissant le courant d'eau pour la navigation et pour éviter le risque d'inondation. Ils étaient alors considérés comme des matériaux résiduels sans aucune valeur économique (Achour, 2013).

Habituellement, une fois les sédiments sont dragués, ils sont stockés dans des sites d'enfouissement ou décharger dans des mers plus profondes, dépendant de leur toxicité. Toutefois, il existe une deuxième voie de gestion de ces sédiments contaminés consistant à les utiliser comme matériaux alternatifs en génie civil après un procédé de traitement pour diminuer leurs teneurs en contaminants. Ce processus de traitement apporte des avantages économiques avec des enjeux environnementaux (Achour, 2013). Les maîtres d'ouvrage de génie civil qui adoptent l'incorporation des sédiments de dragage comme des matériaux alternatifs, utilisent des différentes techniques ayant comme objectif d'éliminer les contaminants ou les isoler dans un milieu limitant leur contact avec l'espace extérieur. Ils emploient un liant hydraulique (ciment) pour solidifier les mélanges à base de sédiments d'une manière similaire à celle utilisée pour le béton compacté au rouleau (Boudreault et DUBÉ, 2015).

Parmi ces méthodes de traitement des sédiments et sols contaminés, on peut citer : la méthode de traitement par stabilisation et solidification (S/S).

Le traitement par (S/S) est un procédé qui repose sur deux principaux mécanismes ; une stabilisation chimique en vue de réduire la solubilité des contaminants et une solidification physique qui mène à l'obtention d'un matériau de forte résistance mécanique et de faible perméabilité :

- **La stabilisation** : Opération de fixation par des réactions chimiques menant à une diminution de la solubilité des contaminants dans les matériaux résiduels traités.
- **La solidification** : C'est l'étape consistant à solidifier la matière résiduelle à l'aide d'un liant hydraulique générant ainsi la formation des silicates. Cette solidification assure une diminution de la perméabilité du matériau traité, ainsi une inaptitude des contaminants de se mobiliser vers le milieu extérieur. (MDDEP, 2012)

Dans un contexte de développement durable, le traitement par S/S apporte plusieurs contributions et avantages, (Boudreault & DUBÉ, 2015) par rapport à la problématique de gestion des sédiments contaminés, particulièrement :

- Minimisation du volume des matériaux contaminés envoyés aux sites d'enfouissement.
- Évitement des émissions de gaz ou la diffusion de toute autre matière dangereuse lors de transport de ces matériaux.
- Découverte d'une nouvelle source des matériaux ainsi une réduction de l'import des matériaux propres.

Les sédiments de dragage sont rarement utilisés à l'état brut d'où l'intérêt du procédé de traitement par S/S de pouvoir donner une seconde vie et ainsi valoriser, de manière sécuritaire, les sédiments contaminés au sein d'ouvrages de construction tout en s'adaptant aux besoins spécifiques d'un projet. Cette valorisation des sédiments ouvre la porte pour une seconde vie d'utilisation comme des substituts des matériaux ordinaires usés dans les ouvrages de génie civil (sable, granulat, etc.).

En effet, (Boudreault et al., 2014) a cité un exemple d'un projet de génie civil où un massif des sols traités par S/S a été utilisé dans la structure d'une chaussée. Ils ont rapporté que la durée de vie estimée de cette chaussée a dépassé de 50% celle d'une chaussée conventionnelle.

Cette utilisation des sédiments de dragage comme matériaux alternatifs évoque deux questions :

- La première concerne le comportement mécanique du nouveau mélange (résistance mécanique).
- La seconde traite le comportement à long terme (durabilité). Des essais de performance face aux différents types de sollicitations (Cycle gel/dégel, perméabilité aux ions chlorures, attaques par les sulfates, écaillage) sont donc requis.

1.2. Problématique.

Les sédiments de dragage peuvent contenir des teneurs élevées en différentes substances chimiques, notamment en sulfate et en matière organique. Ce contenu peut conduire à une attaque interne de ces deux substances et ainsi engendrer une détérioration du béton.

Même avec une approche de développement durable, par valorisation des sédiments de dragage en génie civil, une prudence particulière doit être donnée envers la durabilité du béton à base de sédiments. En effet, les problèmes de détériorations par les différentes sollicitations chimiques sur le béton, peuvent diminuer la durée de vie des ouvrages en génie civil (Khelil, 2014).

De même la qualité d'un traitement par stabilisation et solidification peut être influencée par les substances chimiques comme le sulfate et la matière organique. En effet, la qualité du traitement par S/S se traduit par un confinement des contaminants dans un massif imperméable afin de limiter leur contact avec l'eau, et par conséquent l'attaque interne du sulfate et de la matière organique peut détruire cette

matrice de confinement et ainsi réduire la durabilité des mélanges cimentés à base de sédiments traités par S/S.

Aussi, l'utilisation des sédiments traités par S/S dans un milieu en présence du sulfate peut engendrer une attaque externe de cette substance pouvant ainsi générer une dégradation de la structure construite. La matière organique, quant à elle vient entraver le procédé de stabilisation des sols par le ciment, influençant ainsi sur le processus d'hydratation de ce dernier. En effet, la matière organique a une tendance à s'adsorber sur les grains de ciment et ainsi retarder son hydratation (Kamon et al. 1989). L'attaque sulfatique, quant à elle, est accompagnée d'une augmentation d'expansion de l'échantillon et des fissurations qui augmentent la porosité et ainsi diminuer la résistance mécanique. Elle peut exister sous deux formes : Attaque externe et interne.

La détérioration provoquée par l'attaque des sulfates est due à la formation des minéraux : ettringite, thaumasite ou de gypse. Cette formation provoque des gonflements, ainsi de l'écaillage, de la fissuration, de l'expansion et d'autres formes d'endommagement (Bellmann, Moser, & Stark, 2006). Face aux différents types de sollicitations, et particulièrement les attaques au sulfate, un programme expérimental pour quantifier cette attaque au laboratoire est indispensable. Cette étude au laboratoire nécessite un protocole normalisé définissant les différents paramètres d'exposition aux substances agressives, les essais de quantification de la détérioration et la durée de l'exposition. En effet, il n'existe pas de protocole normalisé pour évaluer l'influence des sulfates dédié spécifiquement aux mélanges cimentés à base de sédiments.

Néanmoins, il existe des protocoles d'essais pour les attaques sulfatiques externes et internes destinés aux mortiers de ciment avec un sable ordinaire dont on peut inspirer en utilisant le sable de sédiments de dragage comme matériau alternatif du sable ordinaire.

Toutes ces circonstances rendent logique de poser les questions suivantes :

- Quelle est l'influence du sulfate sur les mélanges cimentés à base de sédiments.
- Quelle est la teneur maximale en sulfate que doit contenir un sédiment, à partir de laquelle on peut juger notre sédiment apte à une utilisation géotechnique.
- Quelle est la durabilité d'une formulation de ciment à base de sédiments.

Pour répondre à ces questions, nous allons passer aux essais du laboratoire en les objectifs de départ expliqués au paragraphe suivant.

1.3. Objectifs.

Ce projet vise à étudier l'influence de l'attaque du sulfate (externe et interne) sur la performance des mélanges cimentés à base de sédiments.

L'objectif global est donc de développer des protocoles d'essais, basés sur des protocoles existants, définissant les modes d'exposition aux sulfates, pour évaluer l'influence de cette substance sur la performance des mélanges de sédiments.

Les objectifs spécifiques consistent à :

- Evaluer l'influence de l'attaque du sulfate (externe et interne) sur les mélanges cimentés à base de sédiments.
- Détermination d'une formulation de mélanges ayant la meilleure résistance au sulfate. Cependant, le choix d'une telle formulation requiert une investigation sur sa durabilité, et par conséquent la mise en évaluation, par les autres essais de performance de durabilité, est indispensable.

1.4. Organisation du mémoire.

Le mémoire est divisé en 5 chapitres. Tout d'abord on commence par un chapitre d'introduction incluant la mise en contexte du projet sa problématique et ses objectifs. Puis un deuxième chapitre de la revue de littérature expliquant les origines et les méthodes de gestion des sédiments, la durabilité des matériaux cimentaires et en particulier l'attaque aux sulfates, et les travaux antérieurs liés au projet. Le troisième chapitre de ce mémoire est consacré à l'expérimentation du projet, incluant les protocoles utilisés pour les deux types d'attaque au sulfate, une présentation des essais mécaniques normalisés, l'analyse microstructurale étudiée, le paramètre d'expansion et les essais non destructifs abordés. Le quatrième chapitre, quant à lui, est une présentation des résultats de ces différents essais et une interprétation de ces résultats. Finalement, le dernier chapitre porte sur les conclusions générales du projet, des recommandations et perspectives des travaux de futurs.

CHAPITRE 2 : REVUE DE LITTÉRATURE

2.1. Les sédiments.

2.1.1. Définition et origine

Les sédiments sont des matériaux qui s'entreposent sous un plan d'eau (Rivard-Sirois, 2005), sous des effets mouvementés par le vent, ou l'eau ou de la glace (Achour, 2013), en provenance d'une usure des organismes vivants ou une destruction des roches (Beauchamp, 2013).

Les sédiments ont principalement deux origines : endogène, ou exogène (Schneider, 2001).

- Origine endogène : où la sédimentation est due à une production autochtone de l'environnement générant des débris de macrophytes (plantes aquatiques, cadavres de microphytes et d'animaux) ;
- Origine exogène : Par accumulation des substances allochtones entraînées par effet de ruissellement ou de l'atmosphère. C'est dû essentiellement à une décomposition de la matière végétale, de la matière organique, des micropolluants industriels, domestiques ou agricoles.

L'accumulation des sédiments en dessous des plans d'eau peut influencer sur l'activité des infrastructures de ces derniers, pouvant augmenter le risque d'inondation ou influencer sur le courant d'eau de navigation (Achour, 2013).

2.1.2. Types de sédiments

Les sédiments peuvent être divisés en deux grandes phases : les sédiments organiques et inorganiques. Ces catégories dépendent de l'origine de formation de ces matériaux (Rivard-Sirois, 2005).

La phase organique des sédiments est composée essentiellement des débris végétaux (feuilles, branches, morceaux d'écorce) et d'autres petites particules organiques (issues d'une décomposition des êtres vivants) (Rivard-Sirois, 2005).

Quant à la phase inorganique, elle est constituée principalement des substances d'origines minérales (blocs de roches, graviers, sables, argiles et limons, etc.) (Rivard-Sirois, 2005). Ils sont les composants majoritaires dans la composition des sédiments (Achour, 2013). Ils diffèrent en fonction de leurs granulométries

2.1.3. Contamination dans les sédiments.

Les rejets industriels et domestiques, envoyés par voie de drainage vers les milieux aquatiques contenant les sédiments, sont accompagnés de plusieurs types de contamination. Ces derniers contiennent essentiellement :

- Polluants inorganiques : Plomb, zinc, mercures, cuivre, etc.
- Polluants organiques : HAP (Hydrocarbures aromatiques polycycliques), PCB (Poly-chloro-biphényles) et les Trib-Buyl-Etain (TBT) (Achour, 2013).

C'est la raison pour laquelle, depuis 1970 les sédiments sont considérés comme un lieu d'établissement final des différentes sources de contaminations (Achour, 2013; Agostini, 2006).

Toutefois, et selon les conditions géochimiques et environnementales, les contaminants dans les sédiments peuvent se transformer en une source de toxicité (Achour, 2013).

Les sédiments constituent alors de vrais « réacteurs biogéochimiques » des contaminants qui viennent s'adsorber sur les petites particules (Achour, 2013). Ils sont donc capables de contrôler la capacité d'infiltration de ces polluants vers l'eau,

2.1.4. Modes de gestion

Plusieurs étapes sont abordées étudiant les sédiments avant de prendre une décision de leurs modes de gestion. Tout d'abord une réglementation visant à étudier les articles et les lois permettant une telle gestion de sédiments. Puis, une deuxième étape consistant à déterminer les caractéristiques physico-chimiques des sédiments. Cette deuxième étape constitue une base sur laquelle une décision de la méthode de gestion est prise selon les résultats de caractérisation des teneurs en contaminants des différentes substances. D'autres facteurs peuvent être aussi pris en considération pour le choix de la méthode de gestion des sédiments après le dragage. En effet, le volume à transporter, les enjeux environnementaux et techniques et la nature du site de dragage sont aussi à considérer (Rieussec, 2008). Principalement, il existe trois méthodes de gestion de sédiments : un rejet dans des mers profondes ou dans des milieux aquatiques, un enfouissement dans des sites spécifiques ou une utilisation comme matériaux alternatifs (figure 1).

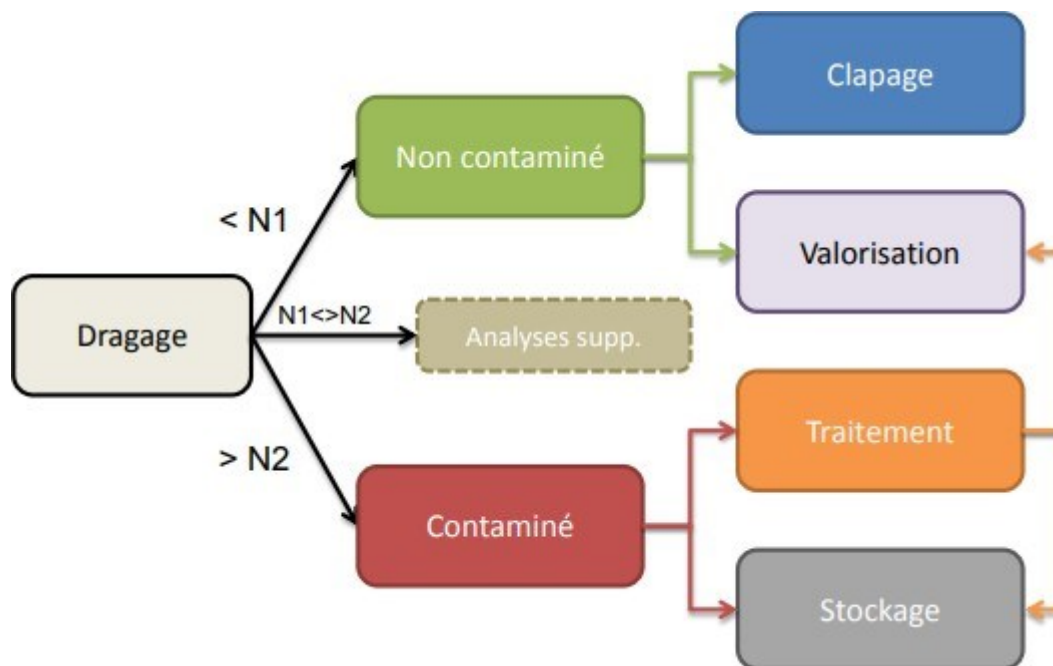


Figure 1 : Cheminement d'une gestion des sédiments (Couvidat, 2015.)

✓ Rejet en milieux aquatiques

Des revues de littérature rapportent que la majorité des modes de gestion des sédiments dragués anciennement procédés, était une immersion dans des mers profondes sous des conditions. En effet, ces sédiments ne doivent pas contenir de pourcentage élevé en contaminants pouvant perturber l'environnement aquatique (Rieussec, 2008). Cependant, cette solution peut apporter des avantages pour le milieu aquatique en les utilisant comme des cordons littoraux, ce qui mène à une diminution de mouvement sédimentaire envers les terminaux portuaires.

Au Québec, cette méthode est la plus adoptée pour gérer les déblais de dragage. En effet, 90% des matériaux dragués en 2003 du fleuve de Saint-Laurent ont été rejetés dans un milieu aquatique (Gamsonré, 2014). De même en France, 28 millions de tonnes des sédiments dragués en 2003, 95% ont été immergés dans la mer (Foucher, 2005).

✓ Dépôt à terre (enfouissement)

La gestion des sédiments de dragage par dépôt à terre est effectuée lorsque la possibilité de rejet en milieu aquatique n'est pas applicable en raison de dépassement des seuils règlementaires en contaminants (Couvidat, 2015). Le stockage à terre consiste essentiellement à un dépôt des déblais de dragage dans un milieu sécuritaire de façon à empêcher la migration des contaminants vers le milieu extérieur (Rieussec, 2008). Le stockage dans les sites d'enfouissement peut être temporaire, pour une

gestion par valorisation ultérieure des sédiments de dragage. Il peut être aussi à long terme nécessitant ainsi un suivi continu de la mobilité des contaminants et l'activité des eaux de drainage et souterraines (Couvidat, 2015) pour éviter une remobilisation des contaminants. C'est la raison pour laquelle avant le stockage des sédiments de dragage, ils doivent subir un prétraitement (assèchement par décantation, évaporation naturelle) visant à diminuer la teneur en eau dans ces matériaux (Rieussec, 2008).

✓ **Voies de valorisation**

Les sédiments de dragage constituent une source prometteuse des matériaux à usage utiles en génie civil. De nombreuses études ont été abordées montrant l'utilité de leur incorporation comme des matériaux alternatifs dans ce domaine afin d'économiser les ressources naturelles (Couvidat, 2015). En effet, après un traitement adéquat, les sédiments ne sont plus supposés des déchets, mais plutôt des matériaux rentables d'un point de vue économique (Achour, 2013) en apportant un nouveau produit au marché de la construction pour les maîtres d'ouvrages (Agostini, 2006). De même, d'un point de vue environnemental, les filières de valorisation des sédiments de dragage montrent un avantage par le fait d'évitement des opérations de transport des matières dangereuses et la solution d'enfouissement sur terre.

De nombreux exemples d'incorporation des sédiments de dragage comme des matériaux alternatifs en génie civil ont montré un succès sur le plan économique et géotechnique. (Boudreault et al., 2014) ont étudié la faisabilité géotechnique d'utilisation des sédiments de dragage comme des matériaux de sous-fondation dans le cadre du réaménagement du secteur Viau au Port de Montréal (VPM). Les résultats ont montré que par solidification des sédiments contaminés, le comportement de la chaussée était satisfaisant sur le plan mécanique, et économiquement rentable par minimisation des coûts liés à l'importation des matériaux neufs.

(Achour, 2013) a évalué le comportement d'un béton à base de sédiments de dragage du port de DUNKERQUE en France. En effet, il a étudié la faisabilité géotechnique d'utilisation des sédiments de dragage en couche de fondation. Il a rapporté que les résultats d'essais (indice de portance, résistances mécaniques et module d'élasticité) ont montré une classification de type G3 de l'abaque GTS et donc une satisfaction comme matériaux alternatifs. À l'échelle du laboratoire, il a étudié leurs durabilités face aux attaques sulfatiques et au gel/dégel, à l'aide des essais destructifs et non destructifs en utilisant deux formulations de béton à base de 12.5% et 20% de sédiments. Les différents essais ont montré que la formulation à base de 12.5% de sédiments a présenté une meilleure résistance avec une qualité bonne selon la classification de la vitesse ultrasonore.

Pour les sédiments non contaminés, (Couvidat, 2015) a étudié la résistance mécanique des mortiers de ciment à base de sédiments de dragage ne subissant aucun traitement. La résistance des mortiers de ciments à base de deux types de sédiments, bruts et altérés, a été comparée à des mortiers de ciment de référence à base de sable conventionnel. Les sédiments bruts ont donné une résistance de l'ordre de 2 MPa, tandis que les sédiments altérés ont montré une résistance de l'ordre de 3 MPa. Les deux types de sédiments ont montré une faible résistance par rapport aux mortiers de référence. En effet, la résistance de deux types de sédiments est inférieure de l'ordre de 20% comparativement aux mortiers de référence. Toutefois, après le mauvais comportement montré par les deux types de sédiments, ils ont procédé à un tamisage pour éliminer les particules fines de sable ayant une granulométrie inférieure à 80 µm, coupable de la haute demande en eau et ayant plus de concentration de contaminants. Les sédiments traités par tamisage ont montré une amélioration en termes de résistance avec une résistance à la compression de l'ordre de 11 MPa, mais toujours loin de la moitié de la résistance des mortiers de référence.

Cette amélioration de résistance s'explique par la demande en eau élevée pour les particules fines ce qui engendre une augmentation du rapport E/C. Ces résultats peuvent être améliorés par l'utilisation d'une granulométrie étalée pour affiner le vide intergranulaire et ainsi diminuer la porosité des matériaux. (Boutouil et Saussaye, 2011) ont étudié l'ajout des correcteurs granulométriques pour l'amélioration des propriétés mécaniques des sédiments traités aux liants hydrauliques. Ils ont utilisé deux types de sables concassés puis ajoutés à un sédiment non contaminé lors de son traitement au ciment. « Les résultats de caractérisation mécanique montrent une amélioration de la résistance à la compression uniaxiale d'un facteur de plus de 40 % après utilisation du sable concassé et 28 jours de cure, tandis qu'aucune différence notable n'est observée sur la résistance à la traction indirecte entre les deux sables » (Boutouil et Saussaye, 2011).

2.1.5. Contexte règlementaire.

Après l'opération de transport et de dragage des sédiments, ces derniers seront alors considérés comme des sols requérant certaines exigences selon la politique de protections de l'environnement au Québec (Gamsonré, 2014). Plus largement, c'est un ensemble de règlement et de politique environnementaux qui mènent au choix d'une méthode de gestion des sédiments de dragage.

À l'échelle mondiale, il existe trois protocoles juridiques contrôlant l'opération de dragage des sédiments (Hayet et al., 2017) ayant comme principal objectif l'interdiction de rejet de toute substance pouvant être nuisible aux habitats aquatiques ou l'environnement marin :

- Convention OSPAR « convention pour la protection du milieu marin de l'atlantique nord-est » : C'est une convention signée en 1991 définissant des seuils minimaux à prendre en considération pour avoir l'autorisation d'une immersion des déblais de dragage.
- Protocole de Londres : C'est un accord élaboré en 1996 à Londres entre les pays signataires visant à prévenir la pollution de leur environnement marin et côtier par minimisation des volumes de déblais de dragage immergés dans les mers.
- Convention de Barcelone : c'est une convention signée à Barcelone 1992 proposant des lignes directrices menant à une meilleure protection de l'environnement marin de la méditerranée (Achour, 2013).

Au Québec, la gestion du fleuve de Saint-Laurent a permis de définir des critères d'évaluation de la qualité de ses sédiments, élaborés par le ministère de l'environnement du Québec et le centre Saint-Laurent (Rieussec, 2008). Dans ce rapport, ils ont défini trois seuils de contaminations dans les sédiments, critiques sur l'environnement et leurs modes de gestion (Annexe 1) :

- Seuil Sans Effets (SSE) ;
- Seuillet à Effets Mineurs (SEM) ;
- Seuils à Effets Néfastes (SEN).

2.1.6. Traitement des sédiments.

L'accumulation des différents polluants sur les sédiments produit un stock toxique mobilisable rendant difficile toute opération de valorisation avant le passage par un traitement efficace pour la diminution des teneurs en polluants. Le traitement des sédiments désigne tout simplement tout procédé technologique visant à baisser la teneur de contamination au niveau acceptable dans les sédiments (Agostini, 2006).

Quatre critères sont nécessaires pour sélectionner le type un traitement approprié des sédiments (Agostini, 2006) :

- Cadre réglementaire ;
- L'environnement ;
- Économiques ;
- Sociologiques : requérant une compréhension du public.

Selon la littérature, plusieurs méthodes de traitement ont été évaluées ayant comme objectif principal d'empêcher le mouvement des contaminants déjà présents dans les sédiments, vers le milieu externe :

- Pré-traitement par déshydratation par filtre-pressé, centrifugation et tri granulométrique ;
- Inertage ;
- Traitement chimique ;
- Traitement physique ;
- Traitement par lavage.

○ **Traitement par technique d'inertage**

Le traitement par action d'inertage est une technique ayant pour objectif d'immobiliser le mouvement des contaminants dans la matrice de la matière (Agostini, 2006). C'est par effet de fixation de ces contaminants sur la paroi solide des sédiments que s'inscrit l'importance de ce traitement. Selon (Agostini, 2006) le traitement par technique d'inertage peut être divisé en deux grandes méthodes : l'immobilisation et l'inertage thermique (figure 2)

Les techniques d'inertage			
Immobilisation		Inertage thermique	
<p>L'immobilisation consiste à piéger les contaminants dans des matrices solides qui empêchent leur libération dans l'environnement extérieur par lessivage ou érosion. Elle peut être réalisée par :</p> <ul style="list-style-type: none"> ○ Solidification et stabilisation : par ajout de liant minérale ou organique qui joue le rôle de durcisseur ○ Vitrification : elle consiste à fondre les fractions argileuses contaminées à température supérieure à 1250°C et à les refroidir rapidement : le refroidissement lent donne un solide cristallin non lessivable. 		<p>En soumettant les sédiments à des températures suffisamment élevées pendant quelques dizaines de minutes, les métaux volatiles (As, Cd, Hg) et les substances organiques peuvent être éliminées par volatilisation, combustion ou pyrolyse. Parmi les nombreuses techniques disponibles on peut citer :</p> <ul style="list-style-type: none"> ○ Désorption thermique ○ Incinération ○ Pyrolyse ○ Réduction thermique ○ Oxydation humide ○ Lit fluidisé ○ Bain sur sels fondus 	
Intérêts	Limites	Intérêts	Limites
<ul style="list-style-type: none"> ○ Métaux lourds et hydrocarbures ○ Revalorisation possible : comme granulats pour la vitrification, et comme matériau de remplissage pour la solidification/stabilisation 	<ul style="list-style-type: none"> ○ Coût (surtout pour la vitrification) 	<ul style="list-style-type: none"> ○ Possibilité de revalorisation des produits contaminés 	<ul style="list-style-type: none"> ○ coûteuse en énergie

Figure 2 : : Différentes techniques d'inertage (Agostini, 2006).

○ **Traitement par stabilisation et solidification**

Le traitement S/S est un procédé très répandu dans la stabilisation des matériaux et donc rendre la diminution des contaminants dans les sols, boues et les sédiments possibles. C'est surtout son effet d'encapsulation de la matrice des contaminants loin de contact avec l'extérieur. Plus particulièrement, l'isolation des particules fines de sédiments qui possèdent un taux de réactivité très élevé avec les polluants (Agostini, 2006). Le procédé S/S au ciment est parmi les méthodes de traitement les plus

utilisées (environ 23%) pour diminuer l'effet des contaminants dans les sédiments (Brousseau et al., 2009). Son plan d'action sur les contaminants se fait selon deux mécanismes :

- Incorporation des métaux déjà dans les sédiments, dans la structure du silicate de calcium hydraté (C-S-H).
- Précipitation des hydroxydes, des carbonates et ainsi empêcher le contact eau-contaminants.

D'autres liants réactifs peuvent aussi être utilisés dans un procédé S/S : Liants pouzzolaniques, entraînant une augmentation de la résistance, et une diminution de la conductivité hydraulique et la lixivabilité du nouveau matériau (ITRC, 2012).

Deux exemples sont présentés sur la figure (3) d'un sol huileux (3.a) ayant subi un traitement par S/S (3.b) (ITRC, 2012).



Figure 3 : Exemple de deux sols avant traitement et après traitement (ITRC, 2012).

Toutefois, les eaux souterraines constituent une problématique de la durabilité à long terme d'un traitement S/S (ITRC, 2011). En effet, l'existence d'une eau souterraine peut conduire à une destruction de la colonne d'étanchéité formée par la solidification autour de la matrice de contamination. Plus globalement, lors d'une utilisation des matériaux en génie civil dans une couche de fondation, une surveillance et un suivi des eaux souterraines sont recommandés pour maintenir l'efficacité d'un traitement S/S. De même, l'effet de présence de la matière organique (Agostini, 2006), des mécanismes

réactionnels internes entre les composants du liant hydraulique et les contaminants, des phénomènes physiques (gel/dégel, mouillage/séchage) (ITRC, 2011), peuvent réduire la qualité d'un traitement par stabilisation et solidification (S/S). D'autres facteurs contrôlant la technique S/S sont récapitulés en Annexe 1.

○ **Traitement physico-chimique**

Le traitement physico-chimique est un procédé qui se repose sur des phénomènes de surface qui existent, entre les particules solides d'un matériau et les contaminants. En effet, ces types de traitement sont basés essentiellement sur les phénomènes d'échanges ioniques, d'adsorption/désorption, lessivage (Agostini, 2006).

Les différents types de traitement physico-chimique, avec l'avantage et l'inconvénient de chaque méthode, sont récapitulés sur la figure 4.

Les procédés physico-chimiques	
Avantages	Inconvénients et limites
Extraction	
<ul style="list-style-type: none"> ○ Traite différents types de contaminants ○ Pas de problème d'émissions de gaz dans l'atmosphère 	<ul style="list-style-type: none"> ○ Nécessité de récupérer et traiter les solutions usées de lavage ou d'extraction
Acide	
<ul style="list-style-type: none"> ○ Extraction des métaux lourds 	<ul style="list-style-type: none"> ○ Coûteux ○ Peu recommandée si grande teneur en contaminants organiques
Extraction sous vide	
<ul style="list-style-type: none"> ○ Procédé d'extraction naturel 	<ul style="list-style-type: none"> ○ Coûteux
Lessivage	
<ul style="list-style-type: none"> ○ Sédiments contaminés par des organiques ○ Sédiments à grains fins ○ Contrôle des émissions atmosphériques 	<ul style="list-style-type: none"> ○ Odeur ○ Coûteux ○ Lent ○ Lourd à mettre en œuvre
Déchloration	
<ul style="list-style-type: none"> ○ PCB et autres contaminants chlorés 	<ul style="list-style-type: none"> ○ Nécessité de contrôles ○ Limité par la présence d'argiles ○ Ne traite pas les inorganiques
Flottation	
<ul style="list-style-type: none"> ○ Technologie tirée de l'industrie minière ○ Concentre des contaminants inorganiques (cuivre, zinc...) et des organiques (HAP, PCB...) ○ Granulométrie de 0.2 à 0.005 mm ○ Faibles besoins en énergie 	<ul style="list-style-type: none"> ○ Agent de conditionnement parfois nécessaire ○ Dépend de la granulométrie, peu efficace pour les argiles
Complexant	
<ul style="list-style-type: none"> ○ Contaminants inorganiques 	<ul style="list-style-type: none"> ○ Destruction du milieu ○ Coût
Oxydation/réduction	
<ul style="list-style-type: none"> ○ Procédé d'extraction naturel 	<ul style="list-style-type: none"> ○ Coûteux

Figure 4 : : Différents types de traitement physico-chimiques (Agostini, 2006).

2.2. Attaques aux sulfates.

Afin d'étudier la durabilité des mélanges cimentés à base de sédiments de dragage, l'étude des attaques sulfatiques est un critère déterminant de l'usage de ces matériaux en génie civil dans un environnement riche en sulfates. Cette attaque peut survenir lors de l'utilisation des matériaux à base de sédiments dans des infrastructures portuaires ou côtières et ainsi entraîner une attaque sulfatique externe. De même, l'inefficacité d'un traitement par stabilisation et solidification, menant à une mobilité des ions de sulfate vers l'extérieur, peut déclencher une attaque sulfatique interne.

2.2.1. Degré d'exposition

Les sulfates peuvent provenir de plusieurs sources : sol, eau souterraine ou du béton lui-même.

La norme canadienne CSA-A23.1 a défini trois classes d'exposition aux sulfates :

- S-1 : Béton soumis à des sulfates très fortement agressifs.
- S-2 : Béton soumis à des sulfates fortement agressifs.
- S-3 : Béton soumis à des sulfates moyennement agressifs.

La norme CSA-A23.1 a fait une recommandation pour le rapport E/C maximal à utiliser, ainsi que la résistance à la compression que doit développer le béton à 56 jours, selon le milieu d'exposition (tableau 1).

Selon la classification de (Edward, 1997) dans le cas d'une exposition hautement sévère au sulfate ils ont proposé un rapport E/C maximum de 0.45 pour prévenir toute pénétration des ions SO_4^{2-} (tableau 2).

Classe d'exposition	E/C	f_c minimale à 56 jours (MPa)
S-1	0,4	35
S-2	0,45	32
S-3	0,5	30

Tableau 1 : Classe d'exposition aux sulfates, avec des recommandations pour E/C et f_c minimaux.

Exposition au sulfate	% sulfate soluble dans le sol (% par masse)	Sulfate (SO ₄) dans l'eau (ppm)	Type de ciment	E/C maximum
Négligeable	0,00 – 0,1	0 - 150	N'importe quel ciment	—
Modérée	0,1 – 0,2	150 - 1500	II, IP, MS	0,5
Sévère	0,2 – 2,0	1500 - 10000	V, HS	0,45
Très sévère	> 2,0	> 10 000	V, HS	0,45

Tableau 2 : Différents modes d'exposition aux sulfates.

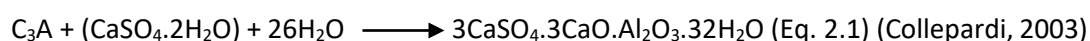
2.2.2. Processus réactionnels.

Une dégradation due aux attaques sulfatiques se traduit par la formation des minéraux d'ettringite, de gypse et de la thaumasite. Peu importe le type de l'attaque sulfate (externe ou interne), la formation de ces minéraux expansifs engendre une perte de cohésion de la matrice cimentaire et de gonflement (Achour, 2013; Hartell, 2008, 2014; Petrov et Tagnit-Hamou, 2015).

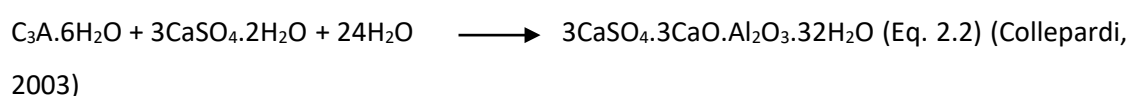
➤ Formation d'ettringite

L'ettringite est une forme minérale dont la formule chimique est : $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{CaSO}_4 \cdot 32\text{H}_2\text{O}$. Elle peut avoir deux formes différentes selon l'état de la réaction d'hydratation du ciment :

- La forme EEF (*Early Ettringite Formation*) qui se produit lors des premières heures de la réaction d'hydratation de ciment comme un produit de la réaction entre le gypse, ajouté au clinker pour retarder la prise de ciment, et l'aluminate tricalcique C_3A (Eq 2.1). Il se manifeste par la formation des aiguilles d'ettringite à l'état gluant de ciment et donc il ne présente pas des effets néfastes sur le béton (Petrov et Tagnit-Hamou, 2015).



- La forme DEF (*Delayed Ettringite Formation*) se produit à des âges tardifs ou le long de la période de durcissement du ciment (Eq.2.2). Elle engendre des déformations importantes sur le béton.



➤ Formation de gypse

La formation de gypse dans le ciment est un produit de réaction entre la portlandite Ca(OH)_2 et les ions de sulfate SO_4^{2-} (Eq. 2.3).



La formation de gypse comme produit de la réaction de corrosion de gypse (Eq. 2.3) a posé des questions entre les chercheurs si notamment cette formation de gypse est expansive ou non. Les travaux de (Tian et Cohen, 2000) ont conclu que la formation de gypse produit une expansion. En effet, ils ont utilisé des barres de mortiers de ciment contenant uniquement du silicate tricalcique (C_3S) pour exclure toute expansion générée par d'autres composants du ciment. Ils ont rapporté que la formation de gypse génère des contraintes de traction sur les pores capillaires, pouvant engendrer des fissurations ultérieures et d'expansions. De même pour les travaux de (Irassar et Gonzalez, 1997) qui ont détecté des expansions importantes sur des barres de mortiers de ciment contenant uniquement de C_3S . (Hansen, 1966) a dirigé une étude sur des barres de mortiers de ciments composés uniquement de C_3S et C_2S immergées dans une solution de 2% en Na_2SO_4 . Il a rapporté qu'après 22 ans d'exposition, une faible expansion de 0.01% a été détectée sur les barres immergées dans la solution à 2% en Na_2SO_4 .

➤ Formation de la thaumasite.

La thaumasite ou le silico-aluminate de calcium hydraté est une forme des minéraux gonflants qui se forment dans les pores capillaires du béton. Il se décompose sous forme d'aiguille dont la longueur est comprise entre 0,5mm et 1,5mm (LeRoux et Orsetti, 2000), dans des conditions de basses températures (4°C - 5°C) et avec un taux d'humidité élevé.

2.2.3. Attaque sulfatique externe (ESA).

L'attaque sulfatique externe ESA est un type d'attaque sur le béton où ce dernier est placé dans un environnement contenant une source de sulfate (sols sulfatés, eaux souterraines, eaux d'infiltrations, etc.) (Khelifa, 2009). Cette source de sulfate cherche à se diffuser à travers la peau du béton menant ainsi à un transport des ions de sulfate au cœur du béton (Langelier, 2014). Une fois les ions SO_4^{2-} pénètrent, des mécanismes réactionnels débutent entre les phases principales du ciment et les ions de sulfates, pour former l'ettringite.

Selon (Collepari, 2003) trois facteurs sont essentiels pour déclencher une formation différée d'ettringite dans une ESA :

- Environnement riche en sulfates : la source de sulfate dans l'eau ou dans le sol en contact avec le béton.
- Présence de l'eau ou d'une humidité élevée.
- Perméabilité du béton : cette perméabilité est contrôlée par le type de ciment, sa teneur dans le béton, le rapport E/C, ajouts cimentaires et les conditions de mûrissement du béton.

Ce type d'attaque se manifeste par la formation des minéraux expansifs comme décrits dans le paragraphe précédent.

Toutefois, pour mieux comprendre la pathologie d'une attaque sulfatique externe, il est important d'étudier l'influence des différents paramètres qui peuvent contrôler une ESA afin de répondre à l'objectif global de ce projet.

2.2.3.1. Influence du rapport E/C

Le rapport E/C d'une gâchée de béton a une grande influence sur sa résistance au sulfate. En effet, les études de (Edward, 1997; Genoves et Soriano, 2015; Hartell, 2014) ont montré que plus le rapport E/C est élevé, plus la résistance au sulfate du béton diminue.

Les travaux de (Edward, 1997) (figure 5) ont proposé une prévention face aux ESA en diminuant ce rapport critique selon le tableau précédent. Il recommande alors l'utilisation d'une formulation ayant un rapport E/C inférieur à 0.5 pour maximiser sa résistance au sulfate.

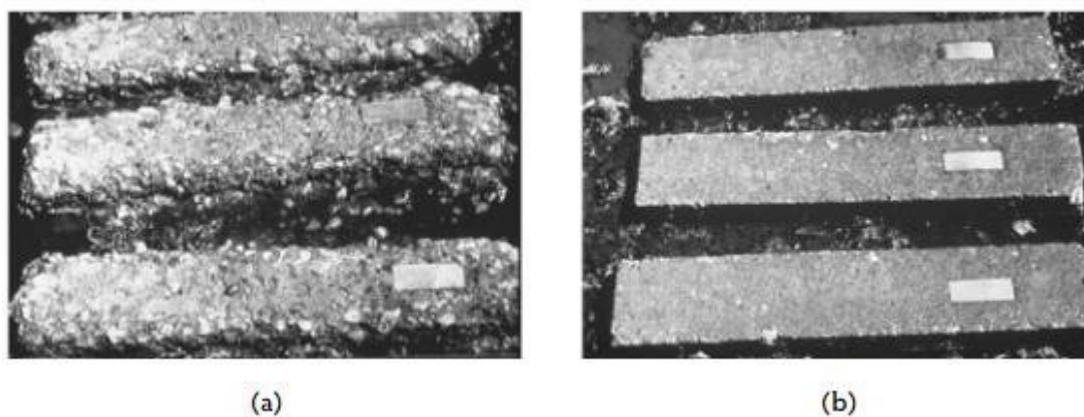


Figure 5 : Exemples de deux rapports E/C exposés à une solution de sulfate (a)0.5 et (b) 0.39 (Edward, 1997).

De même les travaux de (Hartell, 2008) ont confirmé ces résultats. En effet, elle a évalué la résistance au sulfate de deux différentes formulations exposées, dans les mêmes conditions, à une solution de sulfate de sodium avec les rapports E/C de la gauche vers la droite : 6.(a) 0.7 et 6.(b) 0.4. L'éprouvette dont le rapport E/C est de 0.7 montre une détérioration totale (figure 6). Cependant, la deuxième éprouvette a montré une meilleure résistance aux sulfates. Cette situation pourrait être expliquée par effet de perméabilité de la peau du béton qui augmente le rapport E/C, ainsi les ions de sulfate pénètrent facilement à l'intérieur du béton (Gagné, 2018).



Figure 6 : Deux exemples d'une ESA : à gauche E/C= 0.7 et à droite E/C = 0.4. (Hartell, 2008)

2.2.3.2. Type de ciment.

Le type de ciment a aussi une très importante influence sur la résistance du béton aux ESA, représentant le deuxième facteur le plus critique parmi les paramètres contrôlant une réaction sulfatique externe (Edward, 1997). La figure 7 montre que les ciments de type II (type MS : résistance modérée aux sulfates) et V (HS : ciment à haute résistance aux sulfates) sont recommandés à faire l'usage pour des conditions d'exposition aux sulfates moyennes ou sévères.

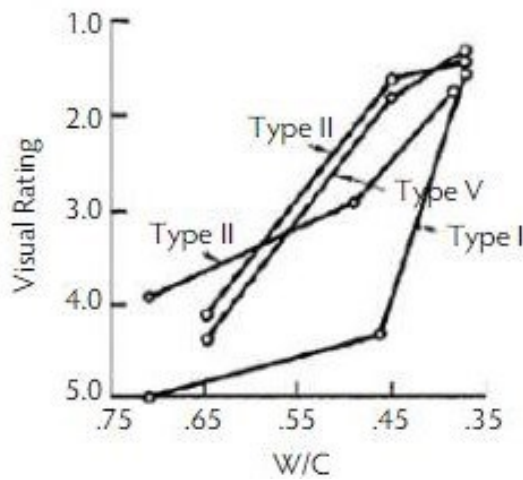


Figure 7 : Evaluation visuelle de détérioration par ESA en fonction du type de ciment et le rapport E/C. (Edward, 1997)

2.2.3.3. Teneur en ciment et en C_3A dans le béton

La teneur en ciment dans un béton influence directement sur sa résistance au sulfate (figure 8). En effet, par augmentation du pourcentage de ciment dans un béton, cela assure une diminution de la porosité au niveau de la peau du béton et ainsi une réduction de la capacité de pénétration des ions SO_4^{2-} . (Edward, 1997) ont rapporté que la teneur de ciment dans un béton exposé à un environnement riche en sulfates, doit être au moins de 335 kg/m^3 (figure 8).

La vitesse de dégradation dépend aussi de la teneur en aluminat tricalcique dans le ciment (Gagné, 2018). En effet, plus la teneur en C_3A est faible, plus la résistance aux sulfates augmente par le fait qu'une faible teneur en C_3A garantit la formation d'une faible quantité d'ettringite, responsable de la dégradation. L'effet de ce paramètre est identique à celui du type de ciment. En effet, le type de ciment de HS a comme caractéristique principale, sa faible teneur en C_3A .

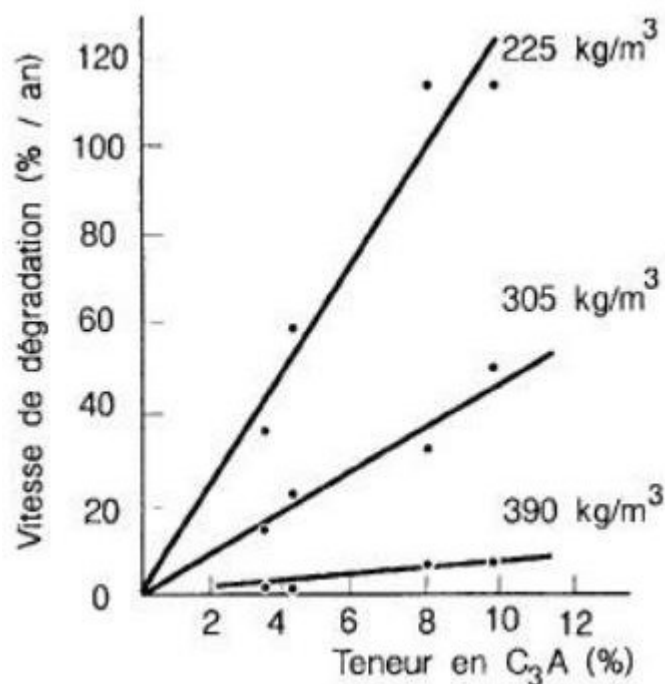


Figure 8 : Vitesse de dégradation en fonction de la teneur en ciment et en C₃A (Edward, 1997) et (Gagné, 2018)

2.2.3.4. Pourcentage en C₃S

En plus des paramètres précités, d'autres composants peuvent contrôler la résistance du béton au sulfate. (Irassar et Gonzalez, 1997) ont étudié l'expansion des barres de mortiers de ciment de type V (HS) avec une variation de leurs teneurs en aluminat tricalcique C₃S (P40–P50–P60–P74).

L'expansion la plus élevée, de 0,117% à 180 jours d'immersion dans une solution de sulfate, a été observée sur le mélange de type P74, et donc ayant la teneur la plus élevée en C₃S. À l'âge de 720 jours, les barres de P74 sont dilatées de 0.55% par rapport à leurs allongements de référence.

Les autres gâchées ont montré une expansion plus basse par rapport au P74 ; la formulation P60 a développé une expansion de 0,1% à 720 jours, contre un allongement de 0,085% pour le P50.

De même le mélange P40 ayant la plus faible teneur en C₃S a montré la plus faible dilatation entre les différentes gâchées. A l'exception du P74, les autres gâchées n'ont pas dépassé l'expansion limite fixée pour le ciment de type V à 0,04% à 14 jours (Hodhod et Salama, 2013).

2.2.4. Attaque sulfatique interne (ISA).

L'attaque sulfatique interne ISA (*Internal Sulfate Attack*) se produit dans le cas où la source du sulfate provient du mélange lui-même, que ça soit l'eau de gâchage ou le ciment, ou bien les granulats réactifs avec le sulfate. Cette attaque interne a des conséquences négatives sur la cohésion du béton par la formation des minéraux d'ettringite, de gypse et de la thaumasite.

Dans le cas d'une réaction sulfatique interne, trois types d'ettringite peuvent être observés (LCPC, 2010) :

2.2.4.1. Ettringite primaire

Une forme d'ettringite sous forme de petits cristaux appelée aussi ettringite bloquante (Petrov et Tagnit-Hamou, 2015). Elle se forme durant la période dormante du ciment, et qui ne sont pas dommageable pour le béton à cause de son état fluide, comme déjà développé auparavant.

2.2.4.2. Ettringite secondaire

C'est une forme d'ettringite qui pourra être expansive pour le béton. Elle se traduit par une présence d'une source de sulfate, que ça soit interne par existence d'une source de sulfate parmi les composants du béton (granulats gypseux ou eaux sulfatées) ou externe suite à la présence dans un environnement riche en sulfates (LCPC, 2010). Elle se forme à l'état durci du béton (Yasser Amine, 2016) avec le biais d'une source d'eau (phénomènes de dissolution/précipitation) pour déclencher cette réaction (Godart et Divet, 2009). Donc l'ettringite secondaire peut se former selon les deux formes ESA et ISA ou par le phénomène de dissolution/précipitation.

Dans le cas où l'ettringite secondaire est provoquée par apport interne (ISA) ou externe (ESA), le béton est susceptible de subir de l'expansion (Godart et Divet, 2009) due aux pressions de cristallisations (Yasser Amine, 2016).

Cependant, si sa formation est par phénomène de dissolution/précipitation, l'ettringite se cristallise sous forme aciculaire (Yasser Amine, 2016) dans les espaces capillaires et ne présente pas de nature expansive (Godart et Divet, 2009). Ce type d'attaque repose essentiellement sur l'existence d'une source de sulfate dans le béton. Plusieurs études ont fixé un intervalle de pourcentage en gypse dans le ciment, compris entre 3% et 5% en masse de ce dernier à ne pas dépasser.

La plupart des études portant sur l'influence de l'ettringite secondaire sur le béton ont utilisé des mélanges de ciment avec d'ajout de gypse pour évaluer l'expansion produite. (Duggan et Scott, 1986) ont mesuré l'expansion sur des barres de mortiers de ciment avec une variation du pourcentage en trioxyde de soufre. Les résultats présentés sur la figure (9) montrent un développement de l'expansion des barres de mortiers par augmentation de la teneur en SO_3 .

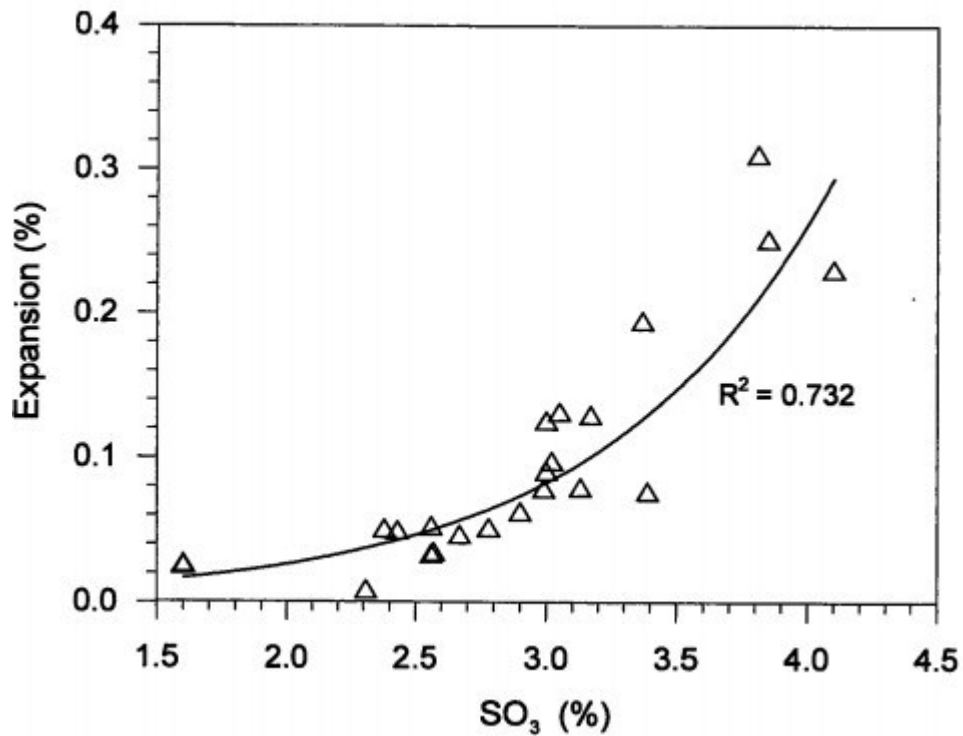


Figure 9 : Expansion des mortiers de ciments en fonction de la teneur en SO₃ (Duggan et Scott, 1986).

La norme ASTM C 452 constitue un essai normalisé d'évaluation de l'impact d'ajout de gypse dans un mélange de mortiers de ciment avec un mûrissement sous l'eau. Il constitue un moyen standardisé pour examiner l'effet d'ettringite secondaire sur les matériaux cimentaires dans une courte durée de 14 jours par mesure d'expansion. En outre, on procède souvent en génie civil à un ajout d'une source de sulfate expansive au béton pour compenser l'effet du retrait endogène à jeune âge. C'est le cas de ciment de sulfoalumineux qui se compose d'un mélange de clinker avec du gypse.

2.2.4.3. Ettringite de formation différée

La réaction d'hydratation peut être affectée par une élévation de température. Au cas où cette température est supérieure à (65°C-70°C), une troisième forme d'ettringite est susceptible à se former (DEF) (Amine, 2016; Collepardi, 2003; Godart et Divet, 2009). Par élévation de température (> 70°C), l'ettringite primaire ne se forme pas, et une nouvelle source interne de sulfate est apparue provenant de la décomposition de l'ettringite primaire (Godart et Divet, 2009). Au cours de la réaction d'hydratation,

et de retour vers une température ambiante avec une présence d'humidité, des nouvelles générations de cristaux d'ettringite peuvent se reformer (Yasser Amine, 2016) et ainsi générer de gonflement.

D'après (Collepardi, 2003), trois conditions sont requises pour entraîner une DEF par attaque sulfatique interne : Présence de l'eau, une libération tardive du sulfate puis l'existence des microfissures (figure 10).

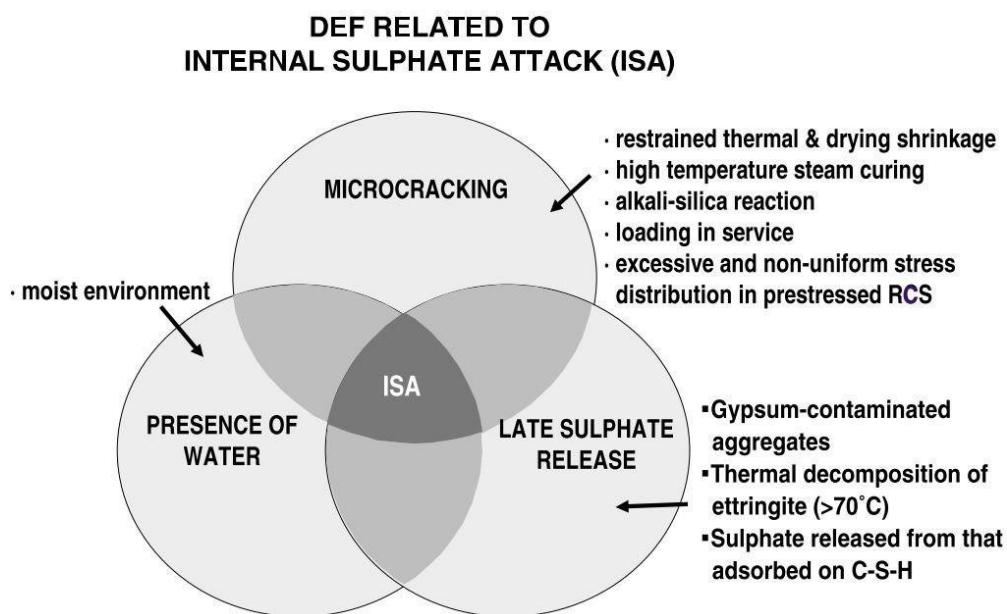


Figure 10 : Conditions d'apparition de la DEF pour ISA (Collepardi, 2003).

2.2.4.3.1. Effet d'élévation de la température.

Durant la prise du béton, une élévation de la température peut conduire à une formation différée d'ettringite. En effet, cette élévation conduit à une décomposition de l'ettringite primaire (Godart et Divet, 2009; Petrov et Tagnit-Hamou, 2015) ce qui augmente la quantité des ions SO_4^{2-} dans la solution interstitielle, qui viennent s'adsorber sur le silicate de calcium hydraté CSH. Lorsque le béton retourne à une température ambiante, des nouveaux cristaux d'ettringite se forment dans les fissures et entre les interfaces ciment-granulats (figure 11) (Yasser Amine, 2016; Petrov et Tagnit-Hamou, 2015).

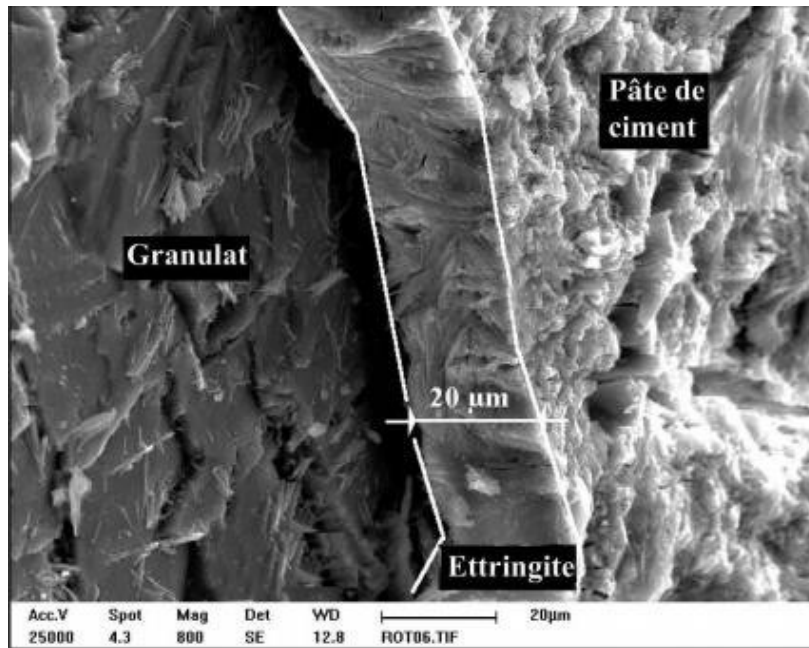


Figure 11 : Ettringite formée entre l'interface ciment-granulat (LCPC, 2010.)

(Barbarulo, 2002) a étudié l'effet de la température sur la concentration en ions de sulfate. La figure suivante montre, pour une température de cure de 85°C, une augmentation de la concentration en SO_4^{2-} a été observée. Cependant pour une température de 20°C, la concentration en ions de sulfate reste identique (figure 12).

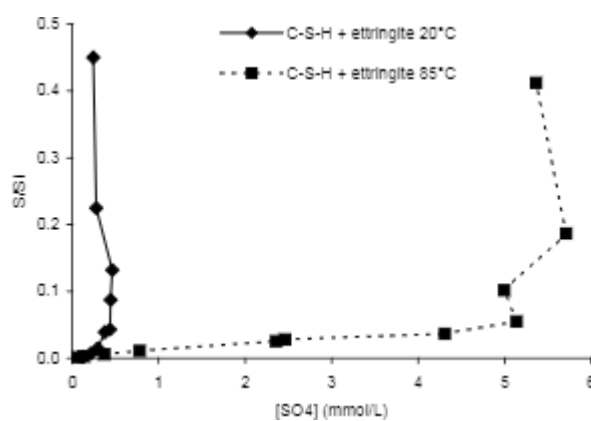


Figure 12 : Effets de température sur la concentration en ions de sulfate (Barbarulo, 2002).

Cette situation est rencontrée en industrie (Petrov et Tagnit-Hamou, 2015), lors de la fabrication d'un béton préfabriqué à l'usine où les industriels accélèrent l'opération de durcissement du béton pour des raisons de commercialisation ce qui conduit à un échauffement interne du béton, susceptible de déclencher une DEF.

De même, la température interne du ciment durant la période dormante du celui-ci montre une élévation de température pouvant atteindre 70°C par effet de chaleur d'hydratation (Bernard, 2017; Petrov et Tagnit-Hamou, 2015).

2.2.4.3.2. Effets de la formulation du béton.

En excluant l'effet des cures thermiques élevées, et avec une température ambiante, la DEF peut être induite par action des composants ou des paramètres de la formulation du béton (Hartell, 2008).

La composition du ciment a un impact direct sur la DEF. Plus particulièrement, la teneur en aluminat tricalcique C_3A et en trioxyde de soufre SO_3 dans le ciment est un paramètre déterminant de la DEF (Yasser Amine, 2016). Le SO_3 est déjà présent dans le ciment, avec un ajout de gypse au clinker pour retarder la prise de C_3A . Les travaux de (Lewis, 1996) ont investigué sur l'effet des alcalis et le trioxyde de soufre sur la croissance du DEF. Ils ont évalué l'expansion des barres de mortiers subissant un traitement thermique dans une étuve à 90°C pendant 12 heures. La figure 13 montre que par la présence de 5% d'alcalins dans le mélange, une expansion importante a été observée. La formulation avec 3% en SO_3 n'a montré presque pas d'expansion.

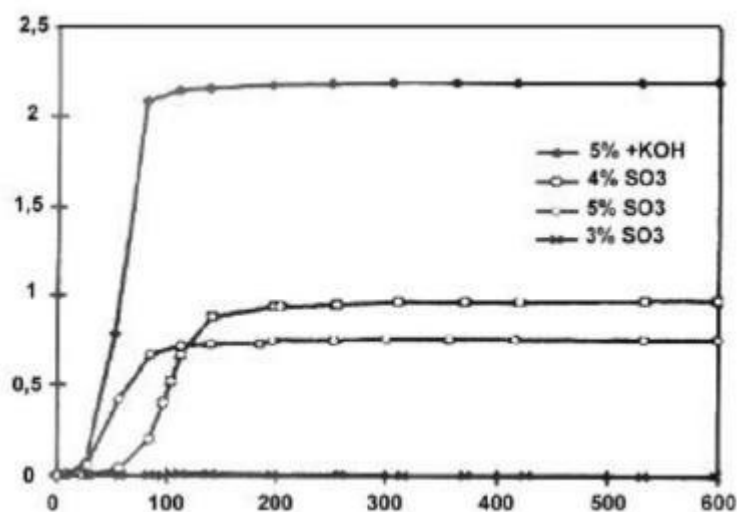


Figure 13 : Courbe d'expansion en fonction du temps (jours) (Lewis, 1996).

Le rapport E/C a une grande influence sur la formation de la DEF comme étant, indirectement le contrôleur de la porosité et ainsi la perméabilité du béton (Yasser Amine, 2016; Bernard, 2017). En effet, avec un rapport E/C élevé, des échanges ioniques (Faucon, 2019) et hydriques (Leklou et al., 2013) peuvent avoir lieu, entre le ciment et le milieu extérieur par évaporation et pénétration, ce qui génère une augmentation de la porosité. En outre, ces échanges ioniques et hydriques diminuent la concentration en alcalis, par effet de lixiviation dans la solution interstitielle (Leklou et al., 2018) et puis une diminution du pH de la solution. Cela produit un détachement des ions SO_4^{2-} de la matrice du CSH et ainsi une formation différée d'ettringite.

(Leklou et al., 2013) ont étudié l'effet des différents rapports E/C (0.5, 0.55 et 0.6) sur la DEF. Ils ont remarqué une augmentation de l'expansion par augmentation du rapport E/C.

Les ajouts cimentaires ont un rôle important de diminution de la porosité d'un béton par raffinement des pores et des interfaces ciment-granulats. Les travaux dans la littérature montrent qu'ils ont un grand impact sur le développement de la DEF selon le type d'ajouts, du taux de son remplacement et de la température de cure.

(Ramlochan et al., 2003) ont analysé l'effet des ajouts cimentaires sur l'expansion des barres de mortiers subissant un mûrissement sous différentes températures. Ils ont étudié le remplacement de 8%, 15% et 20% de ciment par la fumée de silice. Ils ont observé qu'avec un remplacement de 15% par la fumée de silice, l'expansion des barres était considérablement réduite. Ils ont aussi étudié l'effet de remplacement de ciment par 25% et 35% de laitier de haut fourneau. Leurs résultats montrent que pour les deux taux de remplacement, l'expansion a largement été réduite avec un allongement de 0,01% pour un remplacement de 35% à 1500 jours, contre une expansion à la même échéance, de 2% pour la barre de référence d'un ciment de portland ordinaire. De même, ils ont rapporté qu'avec un ajout de 8% de métakaolins, l'effet de la DEF peut être contrôlé avec une expansion (0,02%-0,04%) sur quatre ans.

Pour les cendres volantes, les travaux de (Amine et al., 2015) ont conclu que par un remplacement de 15%, on peut diminuer l'expansion par effet de DEF à long terme (200 jours).

Les travaux de (Nguyen et al., 2013) ont investigué sur l'influence d'ajouts des pouzzolanes naturelles sur le développement de la DEF. Ils ont utilisé des remplacements de ciment de 10%, 20% et 30% respectivement (Pz10, Pz20 et Pz30) avec deux modes de stockages dans l'eau : NRW où la solution de l'eau n'est pas renouvelée et RW : où la solution d'eau est renouvelable. La figure suivante montre que par un remplacement de 30% (Pz-30), le développement de l'expansion est moins important par rapport

aux deux autres gâchées (Pz10 et Pz20). Ils ont mis l'accent sur l'impact de la finesse des pouzzolanes qui montre que plus la granulométrie est fine, plus on peut inhiber le développement de la DEF.

2.2.4.3.3. Cycles de mouillage/séchage.

La problématique produite par les cycles de mouillage/séchage est leur capacité à créer des microfissures dans les bétons (Bernard, 2017). Ces microfissures peuvent continuer à s'étaler à travers le béton ce qui entraîne :

- Diminution de la cohésion du CSH.
- Augmentation de la porosité entraînée par les échanges ioniques entre le béton et son milieu extérieur, favorisant ainsi la formation de DEF.
- Un développement des pressions de cristallisation formée après le séchage.

La microfissuration induite par les cycles de mouillages/séchages représente une condition suffisante pour produire la DEF dans un béton pour (Colleparidi, 2003). Cependant, elle reste une condition non suffisante selon d'autres études (Leklou et al., 2018).

Les travaux de (Leklou et al., 2018) ont comparé les résultats d'expansion des barres de mortiers de ciment subissant des cycles de mouillage/séchage avec d'autres barres de la même formulation ayant été continuellement stockées dans l'eau. Les résultats ont montré une ascendance rapide de prise d'expansion de la formulation ayant subi des cycles de mouillage/séchage (BS50-20WD) dès 100 jours, puis une stabilité d'allongement à 1,7% à long terme. Cependant, le comportement de la gâchée conservée continuellement à l'eau (BS50-20), a indiqué un développement d'expansion très lent indiquant 0,4% à 300 jours. Puis une croissance rapide d'allongement pour rester au même niveau que (BS50-20WD) à long terme. D'après (Leklou et al., 2018) ces résultats confirment le fait que les cycles de mouillage/séchage ont juste un rôle d'accélération de la DEF, mais ils restent insuffisants pour la déclencher. En effet, les résultats à long terme des deux types de formulations montrent qu'elles stagnent au même niveau d'expansion.

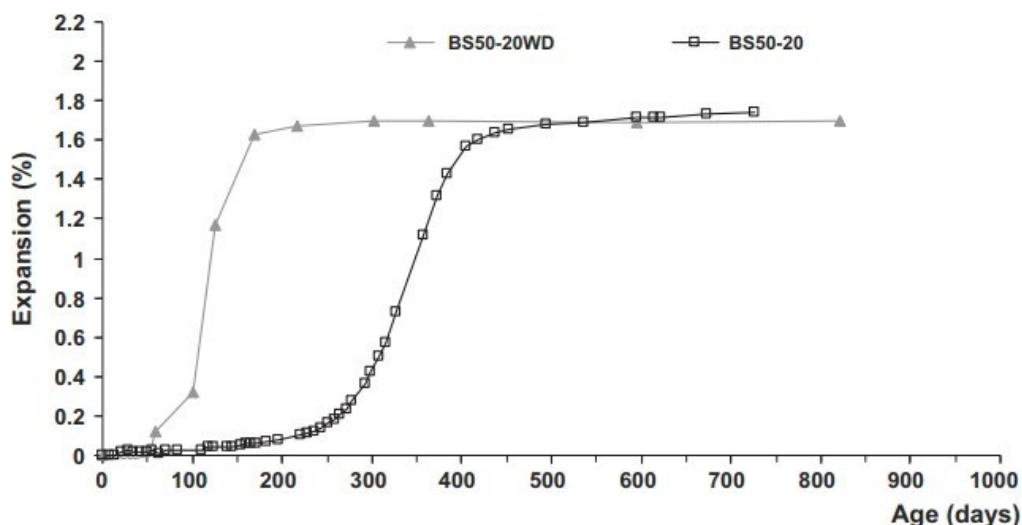


Figure 14 : Expansion des deux formulations : BS50-20WD avec des cycles de mouillage/séchage, et BS50-20 avec une conservation continue dans l'eau. (Leklou et al., 2018).

2.3. Protocoles d'attaques sulfatiques

2.3.1. Protocoles ESA

Les protocoles ESA définissent le mode d'immersion des échantillons de béton dans une solution de sulfate. Dans la littérature, la plupart des travaux portant sur l'attaque sulfatique, ont rapporté son influence sur les bétons ou mortiers de ciments à base de matériaux de sable conventionnel, suivant des protocoles d'essais non normalisés, définissant leurs modes d'immersion dans une solution de sulfate et une liste d'essais de quantification de la détérioration générée. Une variété de protocoles d'essais utilise des conditions d'exposition proches de celles sur le terrain afin d'accélérer de la dégradation.

2.3.1.1. Protocole normalisé ESA

Le protocole ASTM C 1012 est le seul protocole normalisé étudiant l'influence des attaques au sulfate sur les matériaux cimentaires. Il quantifie cette détérioration par la mesure de l'expansion produite par la pénétration des ions de sulfate sur des barres de mortiers de ciment de dimension (25*25*285mm). Les barres de mortiers sont immergées totalement dans une solution de 5% de sulfate de sodium Na_2SO_4 avec une exposition continue durant 1 an dans une température de $23 \pm 1,7$ °C. La norme exige que la résistance à la compression initiale du mortier à 21 jours atteigne 20MPa, avant l'immersion dans la solution de sulfate de sodium (Tableau 3). De même, il requiert un contrôle du pH de la solution qui doit rester dans l'intervalle de [6-8].

Origine de l'essai ou norme associée	ASTM C 1012
Cation	Na ⁺
Concentration de la solution d'immersion	50 g/L (0,352 mol/L en Na ₂ SO ₄)
pH	6-8 après chaque mesure
Renouvellement de la solution	Après chaque mesure
Cycles mouillage/séchage	Non
Température (°C)	23 ± 1,7
Grandeurs mesurées	Longueur d'expansion ; * $f'_{c \text{ initiale}}$ ($f'_{c \text{ in}} > 20$ MPa)
Corps d'épreuve	Prismes (25x25x285 mm) Mortier
Durée de l'essai	1 an

Tableau 3 : Protocole ASTM C 1012.

2.3.1.2. Protocole non normalisé pour ESA

Plusieurs travaux ont étudié l'influence des sulfates sur les matériaux cimentaires.

(Hartell, 2008) a étudié l'attaque du sulfate de sodium sur le béton et son influence sur les propriétés mécaniques de ce dernier. Pour ce faire, elle a utilisé des protocoles d'attaque sulfatique représentatifs de ceux trouvés sur terrain, avec un régime d'exposition où les échantillons sont submergés à moitié dans une solution de sulfate de sodium. En plus, elle s'est basée sur l'inspection visuelle de la dégradation du béton face aux attaques du sulfate de sodium. Elle a mis l'accent sur l'importance de l'essai de la résistance en traction, dans le cas où il existe une fracture horizontale parallèle à la position longitudinale cylindrique de l'échantillon, elle sera fermée par le test de compression ; par contre l'essai en traction permet de traduire la résistance de l'échantillon avec l'existence d'une telle fracture de ce type.

Toutefois, il est important de savoir les paramètres qui définissent un protocole d'exposition aux ESA. Pour ce faire, on a étudié l'effet de plusieurs paramètres sur une réaction sulfatique externe, afin de choisir un protocole optimisé d'ESA.

2.3.1.2.1. Source de sulfate

La source de sulfate a un important impact sur la résistance du béton aux ESA. Les ions de sulfates peuvent être attachés à plusieurs sources, des cations ou d'anions, qui ont des effets différents sur le béton selon la solubilité de la source. Des études rapportent que plus la solubilité de la source de sulfate est élevée, plus il peut diminuer la résistance au sulfate du béton. En effet, avec une solubilité élevée d'une source de sulfate, on aboutit à plus des ions de sulfates qui se présentent dans la solution, et donc une formation plus importante d'ettringite.

Parmi les différentes sources qui existent, on peut citer :

- **Sulfates alcalins**

Les sulfates alcalins se trouvent sous trois types : Sulfate de calcium. Sulfate de sodium et le sulfate de potassium, ayant des effets différents sur le béton. Ils existent déjà dans le ciment pour retarder sa prise précoce. Toutefois, ils peuvent exister dans la structure d'une source externe de sulfate entraînant ainsi une ESA.

Les sulfates de calcium peuvent exister sous trois formes différentes, en fonction de l'état de température. En effet, plus la température est élevée, plus il perd une partie de ces molécules d'eau :

- Dihydrate ou le gypse : $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
- Hémihydrate de formule : $\text{CaSO}_4 \cdot 0.5\text{H}_2\text{O}$
- Anhydre : CaSO_4

En général, parmi les trois types de sulfate de calcium, c'est le gypse qui est servi pour évaluer l'influence de ESA ou ISA au laboratoire, pour la raison de son abondance dans le marché. Cependant, le gypse montre une solubilité très basse (1.4 g/l) et donc un effet moins dommageable sur le béton.

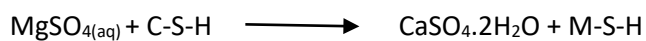
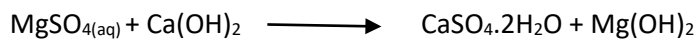
Le sulfate de sodium il peut exister forme anhydre (Na_2SO_4) ayant une solubilité relativement moyenne de 58 g/l. Il peut apparaître à basse température sous la forme $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ appelée Sulfate de sodium décahydraté avec une très haute solubilité de 194 g/l. Cette solubilité élevée de sulfate de sodium peut alors endommager les structures de béton par formation d'une quantité importante de minéraux expansifs.

De même, le sulfate de potassium peut générer l'expansion du béton dû à sa solubilité considérable de 1994 g/l.

- **Sulfate de magnésium**

Le sulfate de magnésium est la source la plus agressive sur le béton. Après la pénétration de la source de sulfate de magnésium dans le béton, des réactions chimiques auront lieu entre les composants du ciment et les ions de sulfate. Les ions de magnésium Mg^{2+} viennent s'adsorber sur la structure du CSH pour remplacer les ions de calcium Ca^{2+} et entraînant une décalcification de la colle du ciment (Amin et al., 2007). Il y'a aussi la formation de l'ettringite par effet réaction entre les ions de sulfate et les C_3A . De même, le sulfate de magnésium montre une solubilité très élevée dans l'eau de 440 g/l, ce qui augmente son degré de détriment sur les matériaux cimentaires.

Le processus réactionnel provoqué par la pénétration de sulfate de magnésium dans le béton (Amin et al., 2007; Hartell, 2008) :



2.3.1.2.2. Concentrations de la solution

Des études montrent que la concentration de sulfate a un impact important sur la dégradation du béton par cette pathologie. Les travaux de (El Hachem Ibrahim et al., 2018) ont utilisé trois concentrations différentes de sulfate (3g/l, 10g/l et 30g/l) pour évaluer la résistance du béton face aux ions de sulfates (figure 15). Ils ont conclu que plus la concentration est élevée plus la cinétique de dégradation est importante, traduit par l'augmentation de l'expansion avec le temps. Ces résultats sont bien compatibles avec le principe d'effet de la solubilité de la source de sulfate sur le béton. En effet, plus la concentration en ion de sulfate est élevée, plus la quantité de sulfates offerte, pour réagir avec les C_3A pour former l'ettringite, est importante.

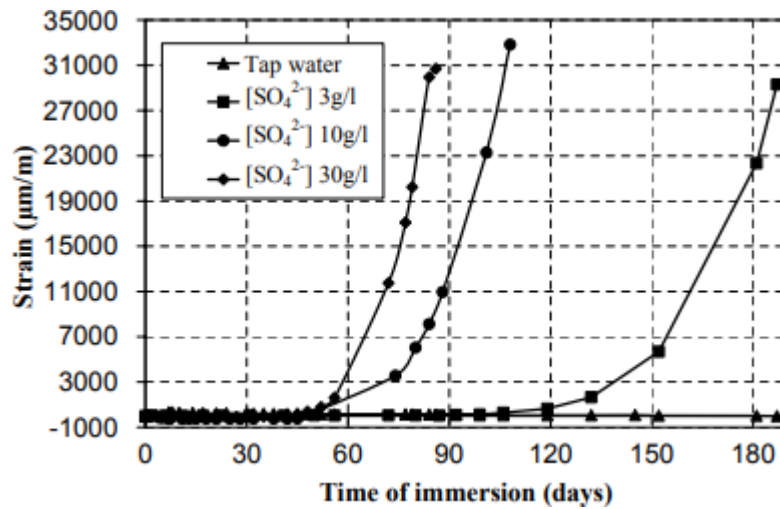


Figure 15 : Evolution de l'expansion en fonction du temps avec une variation de concentrations en sulfate (El Hachem Ibrahim, 2018).

Cette corrélation entre la solubilité et la concentration de la source de sulfate, et leurs effets sur la formation des minéraux d'ettringite et de gypse est récapitulée au tableau 4 (Ragoug, 2016) :

Concentration de SO_4^{2-} (ppm)	Solution de sulfate de sodium	Solution de sulfate de magnésium
Formation de gypse	$C > 8000$	
Formation d'ettringite	$C < 1000$	$C < 4000$
Formation de gypse et d'ettringite	$1000 < C < 8000$	$4000 < C < 7500$
Décohésion		$C > 7500$

Tableau 4 : Répartition de la concentration affectant l'endommagement du béton et générant la formation d'ettringite et de gypse (Ragoug, 2016).

2.3.1.2.3. Modes d'immersion

À l'échelle du laboratoire, on peut croiser deux types d'exposition à une source externe de sulfates : soit une immersion totale où les éprouvettes sont immergées totalement dans une solution de sulfate ou une immersion partielle où les échantillons sont partiellement exposés aux sulfates.

Cependant, les expositions réelles sont plutôt en modes d'immersion partielle (figure 16). C'est l'exemple des fondations d'une structure de béton construites en dessous d'un sol sulfaté ou dans les zones de marnage (Ragoug, 2016). La partie supérieure du béton reste à température ambiante, alors que la partie inférieure demeure saturée par effet de présence des ions de sulfate (Hartell, 2008). Il en résulte alors un transfert d'humidité de la partie inférieure saturée vers la partie supérieure (Clifton et al., 1998) et ainsi l'efflorescence d'une partie des ions de sulfate sur cette partie (Scherer, 2004). De même, la saturation diminue dans la partie supérieure due à l'évaporation par effet de la température ambiante. L'écart d'humidité entre la partie supérieure et inférieure de la structure entraîne alors un gradient d'humidité.

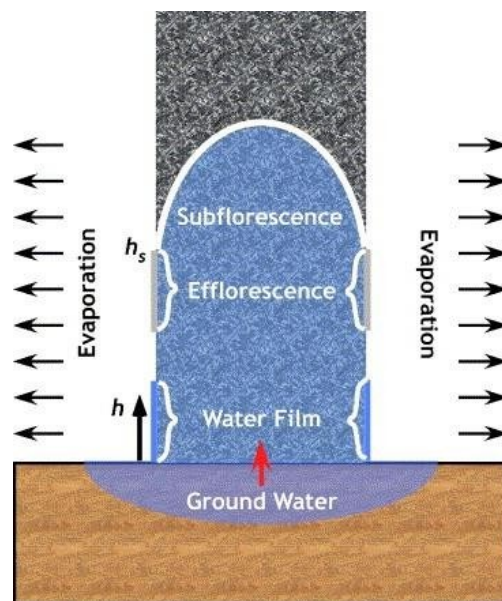


Figure 16 : Schéma explicatif d'une semi-immersion (Scherer, 2004).

Selon les résultats de la littérature, l'immersion partielle semble être la plus agressive sur le béton comparativement à une immersion totale. En effet, une immersion totale fait intervenir deux types de contraintes principales (Clifton et al., 1998; Scherer, 2004) :

- Physiques : par effet de pénétration des ions de sulfate dans la partie inférieure, le transport d'humidité vers la partie supérieure et une évaporation de l'eau de la partie supérieure. Ces différentes actions, couplées à des pressions de cristallisation qui s'exercent sur le béton mènent à une augmentation de la porosité du béton.
- Chimiques : par réactions chimiques entre les composants du ciment et les ions de sulfate.

2.3.1.2.4. Cycles de mouillage/séchage.

Les cycles de mouillage/séchage est un facteur accélérateur de la détérioration du béton par les sulfates. Sur le terrain, il est rencontré, surtout dans des zones de marnage côtières où avec la montée de la marée qui sature la structure de béton, et en cas contraire, où une période de séchage de la structure commence. Le mécanisme de dégradation par sulfate par effet des cycles de mouillage/séchage est que lors de la période de séchage du béton, le sel déjà infiltré dans la structure se cristallise dans les vides capillaires du béton. Les sels cristallisés exercent alors des contraintes sur les parois intérieures des pores du béton ce qui entraîne des fissurations à long terme (Collepari, 2003; Faucon, 2019; Hartell, 2014; Ragoug, 2016).

Le *US bureau of reclamation* a étudié la corrélation entre les cycles de mouillage/séchage et l'endommagement par le sulfate avec un protocole d'essai de durée 40 ans. Ils ont constaté une importante cinétique de dégradation qui s'accélère avec l'application des cycles de mouillage/séchage sur les éprouvettes. En effet, ils ont retiré que 1 an d'immersion avec des cycles de mouillages/séchage est équivalent à 8 ans avec une immersion continue des échantillons exposés aux sulfates (Hartell, 2008).

2.3.1.2.5. Température d'immersion

La température d'immersion a aussi une influence sur la résistance du béton au ESA. (Aziez, 2017) a étudié l'impact de la variation de la température (5°C, 20°C et 50°C) de la solution de stockage dans une solution de 5% de sulfate de magnésium. Les échantillons stockés à 50 °C n'ont pas présenté des signes de détériorations. Cependant, pour les échantillons conservés à 20 °C et 5 °C, ils ont montré une faible

résistance aux sulfates de magnésium. Il a interprété ses résultats par le fait qu'à basse température d'exposition, le minéral de thaumasite se forme et met les échantillons sous expansion.

Les travaux de (Santhanam, Cohen et Olek, 2002) ont confirmé cette tendance de croissance d'endommagement à faible température. En effet, ils ont évalué l'expansion des barres de mortier de ciment immergées dans une solution de sulfate de sodium à différentes températures (5, 21, 30 et 38°C) où les échantillons préservés à 5 °C à 21 °C ont présenté un allongement plus important.

2.3.1.2.6. Effet de pH de la solution

Il est important de rappeler l'effet de l'alcalinité du milieu du béton sur son pH lorsqu'il est mis dans une solution de sulfate. Généralement, l'alcalinité du milieu entraîne un pH supérieur à 12 et donc justifie la basicité de l'environnement.

Les travaux de (Brown, 1981) ont étudié l'influence du pH d'une solution sur l'expansion et la résistance à la compression des mortiers de ciment immergés dans des solutions de sulfates de sodium. Ils ont soumis les barres de mortier de ciment dans cinq solutions différentes :

- Solution des témoins avec de l'eau distillée ;
- Solution de Na_2SO_4 avec un pH non contrôlé ;
- Solution de Na_2SO_4 avec un pH = 6 ;
- Solution de Na_2SO_4 avec un pH = 10 ;
- Solution de Na_2SO_4 avec un pH = 11.5.

Les résultats de suivi d'expansion des barres de mortiers de ciment n'ont pas permis de retirer une conclusion sur le comportement de l'expansion par rapport aux variations de pH. En effet, les barres de la solution de pH = 10 et celle de pH = 6 ont montré quasiment le même ordre d'expansion. De même pour les deux solutions de pH= 11.5 et celle de pH non contrôlé, et qui ont en plus présenté une expansion moins importante.

Pour les résultats de résistance, ils ont rapporté que plus le pH est faible, plus l'endommagement est important (figure 17). De même, les éprouvettes immergées dans la solution dont le pH est non contrôlé, ont présenté une meilleure résistance aux sulfates par rapport aux autres solutions de pH contrôlé.

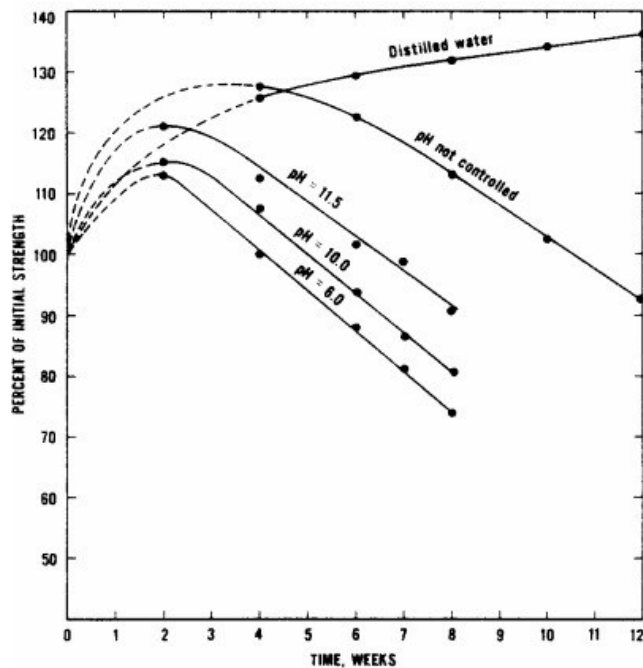


Figure 17 : Effets de variation de pH sur la résistance en compression du béton (Brown, 1981).

Cette accélération de la dégradation par diminution de pH est expliquée par l'influence de cette baisse de pH sur la stabilité du CSH. En effet, (Aziez, 2017) a étudié l'influence du pH sur la résistance du béton soumis aux effets de sulfate de magnésium. Il a rapporté que par diminution de pH, les ions de magnésium remplacent les ions de calcium dans le CSH et ainsi déstabilisent ce dernier, entraînant une perte de cohésion de la colle du ciment. De même, les travaux de (Irassar et Gonzalez, 1997) ont abordé le sujet d'effet de pH sur la cinétique de dégradation des mortiers de ciment par les sulfates. Ils ont conclu qu'avec un pH contrôlé de l'ordre de 7 ± 1 , la cinétique de détérioration par le sulfate de sodium est plus importante. Le contrôle de pH peut être effectué par un processus chimique incluant une solution de l'acide sulfurique pour le but de baisser la basicité du milieu. Une autre solution est rencontrée dans la littérature, par effet de changement de la solution chaque deux semaines pour pouvoir empêcher l'atténuation des pH élevés.

2.3.1.2.7. Comparaison entre protocoles

En somme, la synthèse de cette partie consistait à présenter les différents paramètres qui contrôlent le choix d'un protocole ESA. Cette multitude de paramètres influence directement sur la résistance d'un matériau de ciment face aux attaques sulfatiques. C'est la raison pour laquelle, deux protocoles

différents évaluant une attaque sulfatique externe peuvent mener à une divergence au niveau des résultats de la résistance du béton au ESA.

Pour plus de détails sur cette divergence de résultats, (Irassar et Gonzalez, 1997) ont réalisé un récapitulatif de plusieurs protocoles d'attaque de sulfate avec les résultats associés (figure 18).

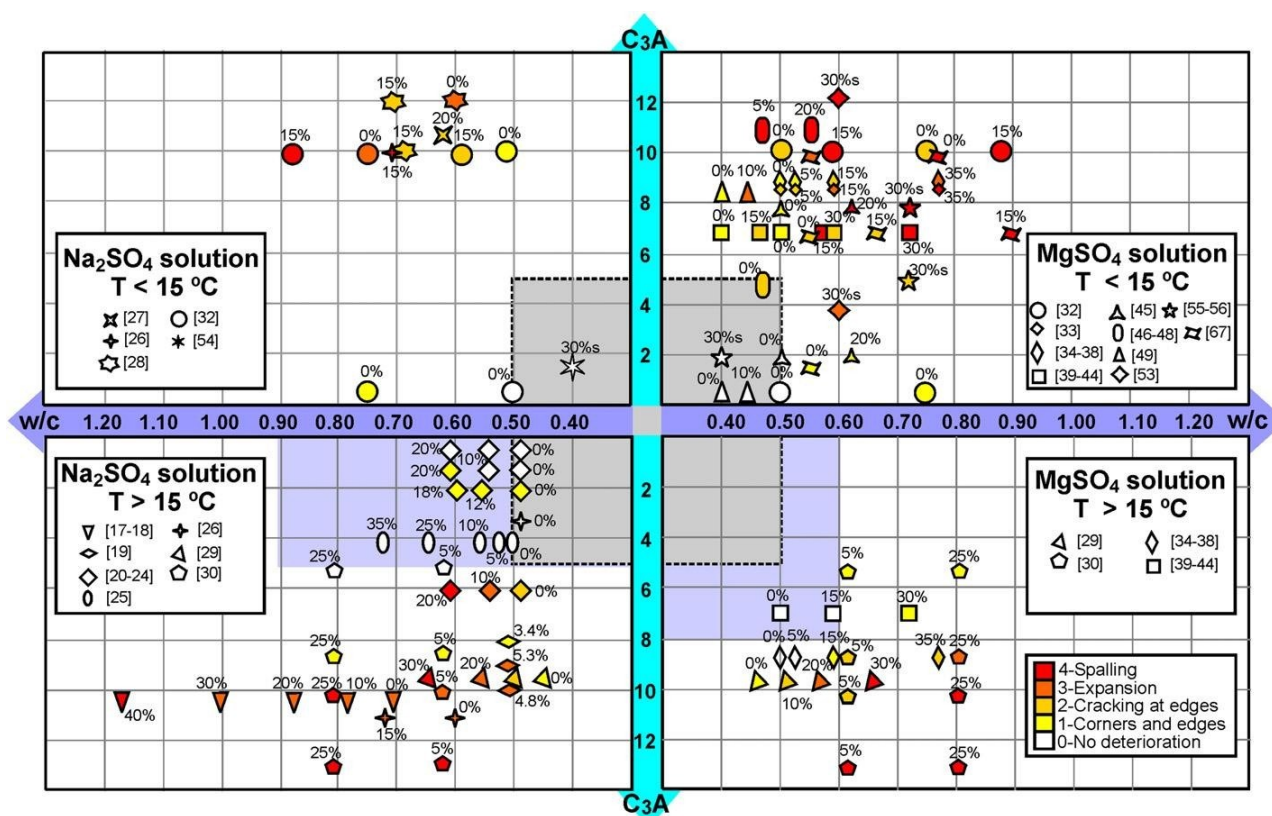


Figure 18 : Différents protocoles d'essais ESA (Irassar et Gonzalez, 1997).

2.3.2. Protocole ISA

Les principaux paramètres qui contrôlent le choix d'un protocole ISA sont récapitulés dans la partie (2.2.4). Dans ces protocoles, l'ISA peut être étudié par évaluation de la DEF ou de l'ettringite secondaire. Les protocoles de DEF consistent généralement à soumettre les échantillons de béton à des températures extrêmes pour permettre une décomposition de l'ettringite. Pour l'ettringite secondaire, les protocoles d'essais ISA reposent essentiellement sur l'ajout d'une source interne de sulfate, habituellement le gypse.

La norme ASTM C 452 est le seul protocole normalisé étudiant l'attaque sulfatique interne et particulièrement l'évaluation de l'expansion des barres de mortier de ciment par effet de formation de l'ettringite secondaire (Tableau 5). Il définit un pourcentage d'ajout de 3% en gypse au mélange de

mortier de ciment dans une solution de l'eau de robinet avec une immersion continue. C'est un protocole de courte durée de 14 jours. Cette courte durée est le principal inconvénient, comme il ne permet pas un suivi de comportement de l'expansion dans un délai plus long.

Les barres de mortier de ciment ont une dimension de 25x25x285 mm. Le pH de la solution est non contrôlé et la seule grandeur d'endommagement est le suivi de l'expansion.

Origine de l'essai ou norme associée	ASTM C 452
Cation	Ca ⁺
Concentration de la solution d'immersion	7 % SO ₃ en mélange de mortier
pH	Non contrôlé
Renouvellement de la solution (eau)	Oui
Cycles mouillage/séchage	Non
Température	23 ± 1,7
Grandeurs mesurées	Longueur d'expansion
Corps d'épreuve	Prismes (25x25x285 mm) Mortier de ciment et gypse
Durée de l'essai	> 14 jours

Tableau 5 : Protocole ASTM C 452.

Un autre protocole étudiant l'ISA a été abordé par (Genoves et Soriano, 2015) qui ont ajouté un pourcentage de gypse dans une gâchée de mortier de ciment (Tableau 6).

Origine de l'essai ou norme associée	Genoves et al., 2015
Cation	Ca ⁺
Concentration de la solution d'immersion	3% de gypse en mélange de mortier
pH	Non contrôlé
Renouvellement de la solution (eau)	Non
Cycles mouillage/séchage	Non
Température	23 ± 1,7
Grandeurs mesurées	L'expansion, NIRAS, DRX, ATG
Corps d'épreuve	Prismes (25x25x285 mm) et (40x40x160 mm) Mortier de ciment et gypse
Durée de l'essai	28 jours

Tableau 6 : Protocole d'essais ISA (Genoves et Soriano, 2015).

2.4. Conclusion

Dans ce chapitre on a présenté les différentes parties du processus de valorisation des sédiments de dragage, du choix de la méthode de gestion des déchets résiduels jusqu'à l'utilisation de ces matériaux comme des produits alternatifs en génie civil. Plus globalement, cette étude bibliographique a montré les différents essais qui peuvent être procédés pour caractériser les sédiments de dragage à l'état brut.

Cette revue a mis en accents les différentes pathologies liées à l'attaque des sulfates sur les matériaux cimentaires. Cela a établi une identification des plans d'action à prendre pour limiter l'effet des sulfates. Puis on a identifié les différentes classes d'exposition aux sulfates de béton dépendamment de classe d'exposition et les recommandations liées à chaque classe en termes de formulation de béton.

Pour ESA on a pu voir les différents paramètres qui peuvent contrôler la réaction sulfatique externe. Plus particulièrement l'effet du type de ciment HS qui constitue un bon liant pour résister aux attaques sulfatiques. De même le rôle essentiel des ajouts cimentaires qui montrent une solution pour contrôler l'impact des sulfates. Dans ce chapitre on a aussi présenté les différents protocoles qui existent pour une

ESA permettant ainsi le choix d'un protocole optimisé dans notre programme expérimental d'exposition au ESA. En se basant sur ces différents protocoles, on a choisi le sulfate de sodium comme source de sulfate de ESA vu sa solubilité élevée couplée à des cycles d'immersion et de séchage, ce qui mène à une dégradation rapide des échantillons.

L'attaque sulfatique interne par évaluation de la formation secondaire d'ettringite reste assez peu étudiée en littérature. C'est la raison pour laquelle le choix d'étude d'une ISA dans notre projet se fera par ajout d'une source de sulfate aux gâchées de notre béton. De même, pour le protocole d'ISA on a pu voir les différents paramètres qui peuvent aider à choisir un programme expérimental optimisé pour examiner l'effet d'ISA.

CHAPITRE 3 : EXPÉRIMENTATION

3.1. Introduction

Dans ce chapitre nous présentons le programme expérimental utilisé dans le cadre de ce projet.

L'expérimentation inclut les parties suivantes :

- Matériaux et formulations : dans cette partie on présente les démarches utilisées pour préparer les échantillons de mortiers, mode de malaxage, formulation de mélange, mode de murissement.
- Protocoles d'attaques du sulfate : Cette partie comprend le mode de d'exposition au sulfate des échantillons préparés après le murissement.
- Essais de caractérisation : cette partie définit les essais de quantification d'endommagement dû au sulfate que ça soit des essais mécaniques, non destructifs ou microstructuraux.

3.2. Fabrication des mortiers.

3.2.1. Matériaux des mélanges.

Le mortier formulé est un mélange de ciment Portland de type GU avec du sable de sédiments et de l'eau.

Dans le tableau 7, on récapitule les propriétés chimiques du ciment GU d'Holcim utilisé :

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	Na ₂ O _{eq}
Composition chimique	20,8	4,3	2,4	62,5	2,2	3,5	0,9

Tableau 7 : Propriétés chimiques du ciment GU.

Le sable utilisé est en provenance de trois ports différents des Iles de la Madeleine (IDM) : Grosse-Île, Pointe-Basse et Millerand et dont les détails sont donnés dans le premier chapitre de ce mémoire.

L'eau utilisée est celle du robinet, de la ville de Sherbrooke.

D'autres matériaux sont encore utilisés : le sulfate de calcium (gypse) utilisé dans le cas de l'attaque sulfatique interne et le sulfate de sodium Na₂SO₄ pour le cas d'une attaque externe. Aucun type d'adjuvants n'est utilisé dans nos gâchées.

3.2.2. Formulations.

Cinq 5 formulations ont été développées afin de représenter les différents types d'attaques au sulfate et une formulation de mortier de ciment témoin :

- Attaque sulfatique externe : par une solution de sulfate de sodium de 10% noté ESA.
- Attaque sulfatique interne avec 3% de gypse noté ISA-3%G.
- Attaque sulfatique interne avec 5% de gypse noté ISA-5%G.
- Attaque sulfatique interne avec 10% de gypse noté ISA-10%G.
- Spécimens de référence.

3.2.2.1. Formulation ESA.

Une seule formulation a été effectuée pour le cas de l'attaque sulfatique externe. Les échantillons ont été ensuite déposés dans une chambre à 100% HR pour un murissement de 24 heures, puis ils sont directement immergés dans une solution de sulfate de sodium.

Le tableau 8 donne le pourcentage massique utilisé pour le cas de la formulation ESA :

	Sable (g)	Ciment (g)	E/C
ESA	70%	30%	0,55

Tableau 8: Formulation du ESA

3.2.2.2. Formulations pour ISA.

Trois formulations pour l'attaque sulfatique interne ont été faites en faisant varier le pourcentage du gypse dans le mélange. Le rapport eau/ liant est maintenu constant pour les différentes gâchées avec un ratio de 0.55.

Le tableau 9 décrit le dosage en masse solide des mélanges utilisés dans la formulation d'attaque interne.

	Sable (g)	Ciment (g)	Gypse (g)	E/C
ISA 3%	67%	30%	3%	0.55
ISA 5%	65%	30%	5%	
ISA 10%	60%	30%	10%	

Tableau 9: Formulations ISA

3.2.2.3. Formulation des spécimens de référence.

La formulation des échantillons témoins est représentée dans le tableau 10 :

	Sable (g)	Ciment (g)	E/C
REFERENCE	70%	30%	0.55

Tableau 10: Formulation des spécimens de référence.

3.2.3. Modes de malaxage.

Pour le mode de malaxage lors de la fabrication des gâchées, il a été effectué selon deux scénarios :

- 1^{er} mode de malaxage : Pour les échantillons témoins et ceux destinés à l'attaque sulfatique externe; il s'agit d'une fabrication d'un mortier conventionnel conformément à un protocole utilisé par le groupe de béton de l'Université de Sherbrooke. Ce protocole décrit la séquence de malaxage et la fabrication d'un mortier de ciment selon le programme suivant :
 - Mise de l'eau dans le récipient.
 - Ajout de ciment puis la mise en marche du malaxeur à petite vitesse pour une période de 30 s.
 - L'ajout graduellement de toute la quantité du sable sur une période de 30 s et cela toujours avec la petite vitesse de malaxage.
 - Arrêt du malaxeur et reprise de malaxage à une vitesse moyenne durant 30 s.
 - Arrêt du malaxeur puis on racle le mortier vers le centre du bol, durant 1 minute en couvrant le récipient.
 - On enlève la couverture du récipient, on marche le malaxeur sur la vitesse moyenne durant 1 minute.

- 2^e mode de malaxage : utilisé dans le cas des mortiers destinés aux attaques sulfatiques internes. On a suivi le protocole décrit dans la norme ASTM C 452 avec quelques modifications. La séquence de malaxage exécutée est la suivante :
 - Mise de l'eau dans le récipient.
 - Ajout de ciment puis la mise en marche du malaxeur à petite vitesse pour une période de 30 s.
 - Arrêt du malaxeur, puis l'ajout du gypse en mettant en marche le malaxeur avec une petite vitesse pour une période de 30 s.

- L'ajout graduellement de toute la quantité du sable sur une période de 30 s et cela toujours avec la petite vitesse de malaxage.
- Arrêt du malaxeur et reprise de malaxage à une vitesse moyenne durant 30 s.
- Arrêt du malaxeur puis on racle le mortier vers le centre du bol, durant 1 minute en couvrant le récipient.
- On enlève la couverture du récipient, on marche le malaxeur sur la vitesse moyenne durant 1 minute.

3.2.4. Polissage des surfaces.

Cette partie est précédée après la fabrication des mortiers, et après le murissement dans une chambre humide, des différentes gâchées. En effet, certains essais non destructifs requièrent un polissage de surface afin de quantifier l'endommagement. Pour cela, on a procédé à un polissage de surface des échantillons cylindriques désignés aux essais non destructifs, à l'aide d'un tour mécanique.

La figure 19 montre la machine-outil utilisée :



Figure 19 : Tour de polissage utilisé.

3.3. Protocole d'attaque sulfatique

« Les essais utilisés pour étudier les attaques sulfatiques ou déterminer la résistance d'un matériau à ces agressions sont très divers. Ils ont deux fonctions principales : dégrader le béton et quantifier cette dégradation. » (ROZIERE, E., 2007)

Il n'existe pas de test ou protocole normalisé pour étudier l'influence des attaques du sulfate sur les mélanges de ciment à base de sédiments.

Néanmoins, il existe des protocoles d'essais pour les attaques sulfatiques externes et internes destinées aux mortiers de ciment conventionnels dont on peut inspirer en utilisant le sable de sédiment de dragage comme matériau alternatif du sable ordinaire.

C'est le cas pour les ASTM C 1012 et ASTM C 452 qui portent sur les attaques sulfatiques externes et internes du sulfate respectivement sur un mortier de ciment.

Des modifications ont été réalisées à ces deux protocoles puisqu'ils ne sont pas faits spécifiquement pour les mélanges de sédiments.

3.3.1. Protocole ESA.

Les protocoles d'attaques externes du sulfate définissent les méthodes d'exposition du matériau dans une solution de sulfate. Les méthodes d'exposition d'un matériau face aux attaques sulfatiques externe varient en fonction de la concentration de la solution de sulfate, son pH, sa température, la forme de l'éprouvette du matériau, le mode d'immersion qui peut être continue ou par cycle de mouillage et séchage, et la durée de l'exposition.

« Etant donné que les études sur le terrain ont l'inconvénient que de nombreux facteurs incontrôlables (par exemple la température, l'humidité) ont un impact sur les résultats des tests, des investigations à l'échelle du laboratoire sont largement utilisées. Habituellement, la concentration de sulfate dans les solutions d'essai est beaucoup plus élevée que les concentrations auxquelles le béton est exposé dans des conditions de terrain. Ces concentrations accrues de sulfate sont choisies dans les tests de résistance aux sulfates pour accélérer la dégradation. » (Bellmann et al., 2006)

La longue durée d'un an de l'essai ASTM C 1012 apparaît inappropriée pour l'application dans le cadre de notre projet. Le deuxième inconvénient de cette norme, est la continuité d'immersion sans des cycles de mouillage/séchage ; ce qui retarde la dégradation accélérée de l'échantillon souhaité. En effet, *American Bureau of reclamation* (USBR) a réalisé une étude pour comparer les deux types d'immersion pendant une durée de 20 ans ; l'étude a conclu que : « 1 an de tests accélérés équivalait à 8 ans d'immersion continue en solution ». (Santhanam et al., 2001, p.848)

A la base de l'ASTM C 1012 et d'autres protocoles décrits dans la partie de l'état de l'art, on a optimisé un protocole d'attaque du sulfate de sodium avec des modifications sur la durée de l'essai, la dimension des échantillons, les indicateurs de dégradation et le mode mouillage/séchage qu'on a proposé.

Le tableau 11 récapitule le protocole optimisé à la base de l'ASTM C 1012.

Origine de l'essai ou norme associée	Protocole proposé
Concentration de la solution d'immersion	100 g/L (10% en Na ₂ SO ₄)
pH	Incontrôlé
Type d'immersion	Par cycle de mouillage/séchage
Température	23°C
Durée de l'essai	Echéanciers : 3 mois ; 5 mois ; 6 mois. Renouvellement de la solution chaque mois.
Grandeurs mesurées	Longueur d'expansion ; Résistance à la compression ; Résistance à la traction ; UPV ; NIRAS
Corps d'épreuve	Cylindres (125x50 mm) Prismes (25x25x285 mm) Cubes (50x50x50 mm)

Tableau 11: Protocole ESA.

3.3.2. Protocole ISA.

Contrairement à l'attaque sulfatique externe, l'attaque interne fait intervenir des sulfates déjà présents dans le mélange sans faire appel à une source extérieure. L'eau reste toujours indispensable pour la réaction sulfatique. Cependant même en l'absence d'une solution d'immersion de sulfate comme dans le cas d'attaque externe, l'eau dans les pores d'échantillons garantit l'activité des ions de sulfate dans le cas d'une attaque interne même à l'état durci.

Le protocole optimisé dans le cas de l'attaque sulfatique interne est à la base de l'ASTM C 450 avec des modifications sur la durée de l'essai, la liste des essais à réaliser, la dimension des échantillons et le mode mouillage/séchage qu'on a proposé.

Le tableau 12 récapitule le protocole optimisé dans le cas des ISA.

Origine de l'essai ou norme associée	Protocole proposé
Teneur en SO ₃	7 % SO ₃ (Trioxyde de soufre) en mélange avec le mortier
Renouvellement de la solution	Cycle de mouillage/séchage. Mouillage des échantillons dans l'eau Séchage durant 24 heures de temps à 35°C : 1 fois/mois
Température	23°C
Durée de l'essai	3 mois ; 5 mois ; 6 mois.
Grandeurs mesurées	Longueur d'expansion Résistance à la compression Résistance à la traction UPV ; NIRAS.
Corps d'éprouvette	Barres mortier + gypse Cylindres (125x50 mm) Prismes (25x25x285 mm) Cubes (50x50x50 mm)

Tableau 12: Protocole ISA.

3.3.3. Cycles de mouillage/séchage.

Un cycle de mouillage et de séchage a été établi pour accélérer la dégradation des échantillons. En effet, D'après (Gagné, 2018), le séchage intense peut générer une ouverture des microfissures en brisant les parois du C-S-H et ainsi il augmente la porosité de la peau de ciment.

Dans ce projet, et après la phase de mouillage pour chacune des gâchées, une période de séchage dans une étuve à température de 35°C et durant 24 heures a été appliquée.

La figure 20 montre la disposition et l'étuve utilisée dans le séchage des échantillons.



Figure 20 : Etuve de séchage.

3.4. Essais de caractérisation.

Pour des fins de diagnostic des différentes détériorations générées par les réactions sulfatiques, on a proposé une gamme d'essais de caractérisation. Ces essais permettent la comparaison, par des tests destructifs et non destructifs, entre les échantillons endommagés par le sulfate et ceux de référence.

3.4.1. Mesure d'expansion et du retrait.

Le paramètre d'expansion est un critère caractérisant le gonflement de l'échantillon dû à des effets physiques. Dans le cas d'une attaque sulfatique, la formation d'ettringite génère un gonflement par sa formation dans les espaces vides, ce qui se traduit par l'expansion.

La figure 21 montre le montage réalisé pour le calcul d'allongement sur une barre prismatique de 25mm x 25mm x 285mm.

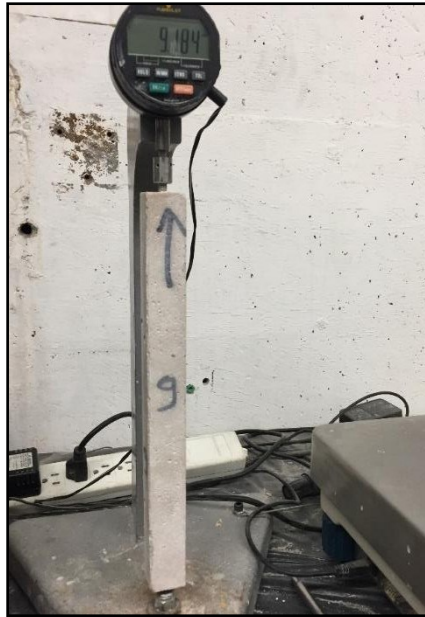


Figure 21: Montage de calcul d'allongement.

3.4.2. Essai de compression.

C'est l'essai mécanique réalisé selon la norme CSA A123-9C sur 3 échantillons de la même formulation pour aboutir à la moyenne. L'essai est réalisé sur une presse mécanique avec un taux de chargement de 250 lb/s jusqu'à la rupture du spécimen. Les échantillons utilisés dans cet essai sont cubiques de dimension 50mm x 50mm x 50mm (figure 22).



Figure 22: Presse utilisée pour l'essai de compression.

3.4.3. Essai Brésilien.

L'essai brésilien est effectué selon la norme ASTM C 496, sur 3 échantillons cylindriques de dimension 125mm x 75mm. L'essai est réalisé sur une presse mécanique avec un taux de chargement de 100 lb/s jusqu'à la rupture en traction de l'échantillon le long de son diamètre vertical. La figure 23 montre le montage de l'essai brésilien effectué :

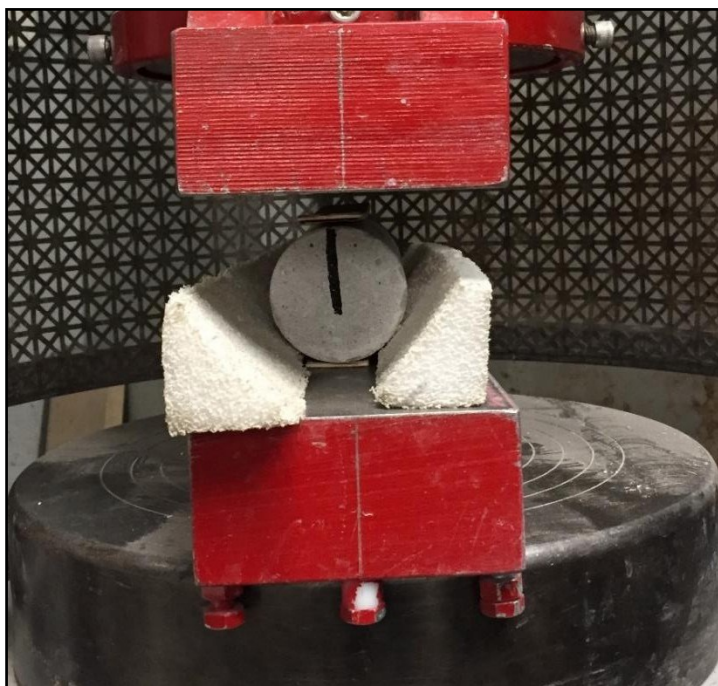


Figure 23: Presse utilisée pour l'essai Brésilien.

3.4.4. Technique de la vitesse d'impulsion ultrasonore (UPV)

L'évaluation des effets d'attaque du sulfate peut être réalisée aussi à l'aide des méthodes d'acoustiques linéaires pour détecter la microfissuration et prédire le comportement du béton. La technique d'UPV fait partie des méthodes acoustiques linéaires, consistant à envoyer des ondes ultrasonores dans le matériau, puis les capter sur une distance définie (BUI, 2012). La vitesse est mesurée en divisant le temps de parcours des ondes de compression sur la distance qui relie l'émetteur d'ondes et le re capteur. Cet essai est réalisé selon la norme ASTM C 597-02 : Méthode d'essai standard pour la vitesse d'impulsion à travers le béton. La figure 24 montre le montage de la technique UPV :



Figure 24: Montage utilisé pour la technique UPV.

3.4.5. Technique de NIRAS (Nonlinear Impact Resonance Acoustic Spectroscopy)

C'est une technique consistant à mesurer la fréquence de résonance suivant le longitudinal ou le transversal de l'échantillon après un impact par une bille. Cette dernière provoque une excitation de l'échantillon testé, puis la réponse à cette excitation est captée par un récepteur piézo-électrique lié à un amplificateur. Un total de 15 impacts est réalisé par le biais de la bille métallique, dont chaque impact donne une variation d'amplitude en fonction de la fréquence, jusqu'à l'obtention d'une fréquence de résonance dont l'amplitude est maximale. Cet essai non destructif ressemble à la norme ASTM C 215-02, essai standard pour les fréquences de résonance fondamentale mesurées en mode transversal, longitudinal et de torsion.

Le mode de mesure longitudinal a été choisi lors d'utilisation de cette technique à cause de la dimension de nos échantillons. En effet, en mode transversal, l'échantillon est plus sensible aux ondes de cisaillement comme ils présentent une amplitude élevée ; or, en mode transversal (ondes primaires) avec leurs faibles amplitudes, le signal d'amplitude est souvent saturé, et donc il en est de même avec les ondes secondaires ; ce qui nous a amenés à utiliser uniquement le mode transversal.

L'avantage de cette technique est la classification de la résistance des matériaux en fonction de ses défauts. En effet, plus le matériau présente des défauts ou des microfissures, plus il est moins résistant. Ce critère peut être converti en mode de fréquence comme suivant :

- Plus le matériau présente une faible fréquence de résonance, plus il est de mauvaise qualité.
- Lors d'application des impacts manuels continus, moins le matériau présente un décalage fréquentiel, plus il est de bonne qualité.

La figure 25 montre deux types de qualité d'échantillons, à gauche un échantillon endommagé présentant un décalage fréquentiel (signe de détérioration) et à droite un échantillon sain ne montrant aucun signe d'endommagement.

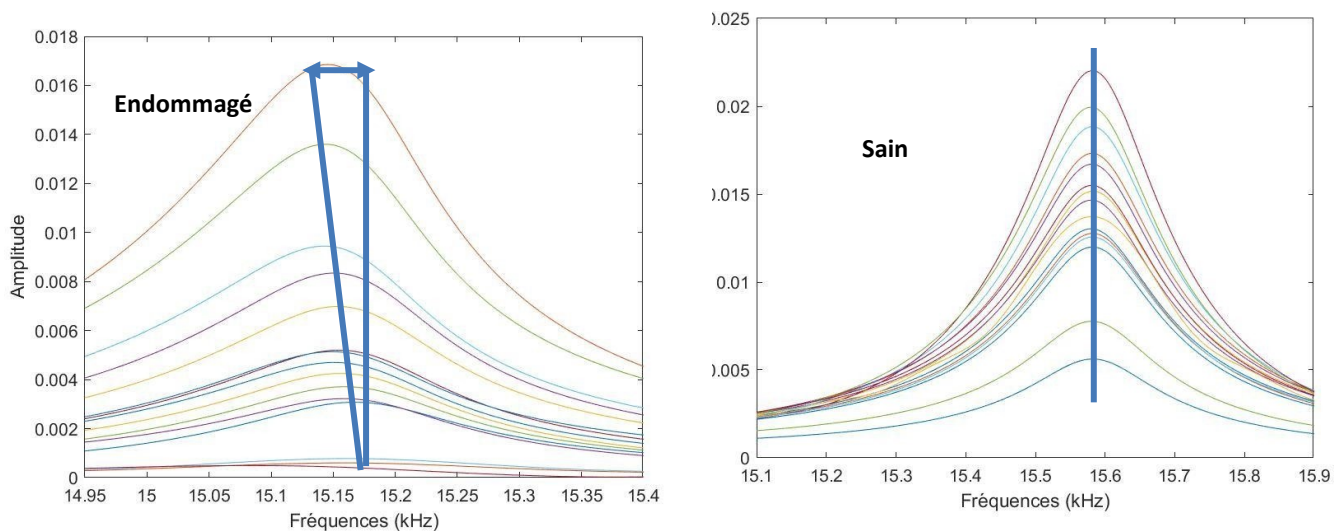


Figure 25: Courbes amplitudes en fonction de fréquences.

La figure 26 récapitule le montage réalisé pour NIRAS :

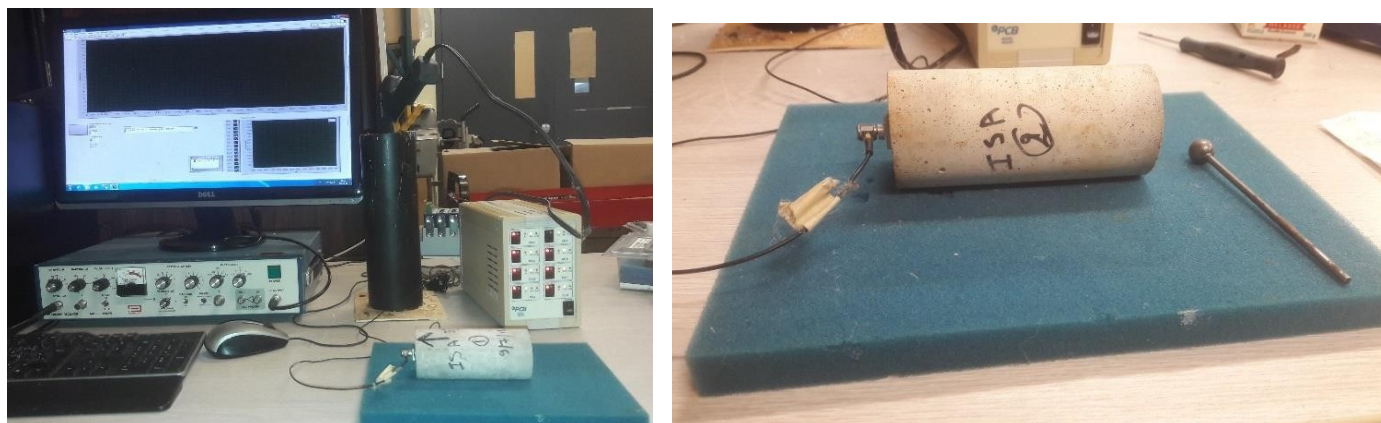


Figure 26: Réalisation de la technique NIRAS.

3.4.6. Analyses microstructurales.

Des analyses microstructurales permettent de visualiser les échantillons détériorés à l'échelle microscopique ou déterminer leurs décompositions minérales (formation d'ettringite) ; parmi lesquelles on a utilisé :

➤ **Diffraction des rayons X (DRX).**

La technique DRX permet l'identification des phases cristallines dans les matériaux cimentaires. Cette technique donne une analyse quantitative et qualitative de ces phases. Dans le cas de notre projet, et pour quantifier l'influence des sulfates, on détermine la décomposition minéralogique d'une poudre de mortier pour reconnaître l'existence du minéral d'ettringite. La technique est réalisée au centre de caractérisation des matériaux (CCM) de l'Université de Sherbrooke.

➤ **Analyse par Microscope électronique à balayage (MEB).**

Cette technique permet une visualisation en échelle de micromètre près, de la microstructure des mortiers évalués. Une portion d'échantillon de chacune des gâchées, et pour des divers échéanciers, est prise pour être observée au MEB du centre de caractérisation des matériaux (CCM) de l'université de Sherbrooke.

CHAPITRE 4 : RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

Ce chapitre débute par une caractérisation à l'état brut des sédiments (propres ou contaminés). Ensuite, nous abordons les résultats de calcul des paramètres d'expansion et de variation de la masse. Subséquemment, nous montrons les résultats des essais destructifs et non destructifs effectués sur des mortiers de ciment à base de sédiments exposés aux sulfates.

4.1. Caractérisation initiale des sédiments.

Ce sont des essais réalisés au début de notre projet pour des fins de caractérisation des sédiments en provenance des îles de la Madeleine, utilisés pour les différentes gâchées.

Les sédiments caractérisés dans ce projet sont en provenance de trois ports différents des îles de la Madeleine (IDM) :

- Grosse-Île (GI) ;
- Pointe-Basse (PB) ;
- Millerand (M).

Une caractérisation physique, en analyse granulométrique et perte au feu, et microstructurale, en diffraction par rayon X (DRX) et la teneur en contaminants, a été faite par Renée Pellerin dans son rapport sur la valorisation des sédiments de dragage portuaire aux îles de la Madeleine.

Le rapport de Renée Pellerin présente la caractérisation de ces sédiments (Pellerin, 2017). Les résultats sont rapportés ici.

4.1.1. Analyse granulométrique.

L'analyse granulométrique des sédiments contaminés a été réalisée selon la norme BNQ 2501-025 caractérisée par les trois coefficients :

- C_u coefficient d'uniformité D_{60}/D_{10} ;
- C_c coefficient de courbure $D_{30}^2/(D_{60} \cdot D_{10})$.
- M_f : Module de finesse.

- Sédiments contaminés.

Le tableau 13 présente les résultats de l'analyse granulométrique des sédiments contaminés de Pointe-Basse.

Tamis (mm)	Tamisat (%)	
	PB 1/4	PB 2/4
10	100	100
5	100	100
2.5	100	100
1.25	100	100
0.63	100	100
0.315	99	98
0.16	37	22
0.08	2,3	0,2
Paramètres granulométriques		
C_u	1.5	1.3
C_c	1	1.1
M_f	0.6	0.8

Tableau 13 : Analyse granulométrique des sédiments contaminés.

D'après la courbe granulométrique des sédiments contaminés, on a un $C_u \approx 1,4$ pour les quatre types de sols étudiés et dans ce cas avec un $C_u < 2$, on aura une granulométrie de type uniforme (figure 27).

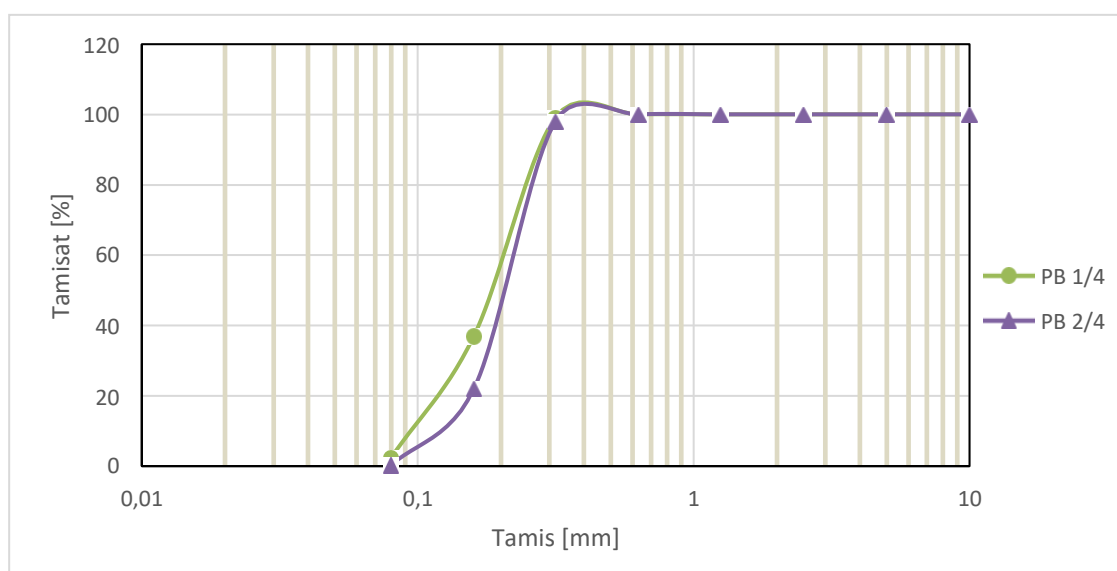


Figure 27 : Courbe granulométrique - sédiments contaminés.

- **Sédiments propres.**

Le tableau 14 présente le résultat de l'analyse granulométrique des sédiments propres, selon la norme BNQ 2501-025.

Tamis (mm)	Tamisat (%)			
	M 3/4	M 4/4	PB 3/4	PB 4/4
10	100	100	100	100
5	100	100	100	100
2.5	100	100	100	100
1.25	100	100	100	99
0.63	99	99	99	99
0.315	71	73	97	94
0.16	3	3	20	18
0.08	0	0	0.1	0.1
Paramètres granulométriques				
C_u	1.3	1.3	1.3	1.3
C_c	1	1	1.1	1.1
M_f	1.3	1.3	0.8	0.9

Tableau 14 : Analyse granulométrique des sédiments propres.

De même que les sédiments contaminés, les sédiments propres ont une granulométrie de type uniforme avec un $C_u \approx 1,3$. Donc, les grains présentent presque la même granulométrie (figure 28).

Dans le cas d'un usage du sable comme granulat à béton, une granulométrie étalée aide à un gain de résistance à long terme et une diminution de la demande en eau, par remplissage des vides intergranulaire. Pour limiter l'influence d'une granulométrie uniforme sur la résistance, des ajouts cimentaires peuvent aider à la diminution de la porosité par affinage des pores et des vides entre les grains de sols.

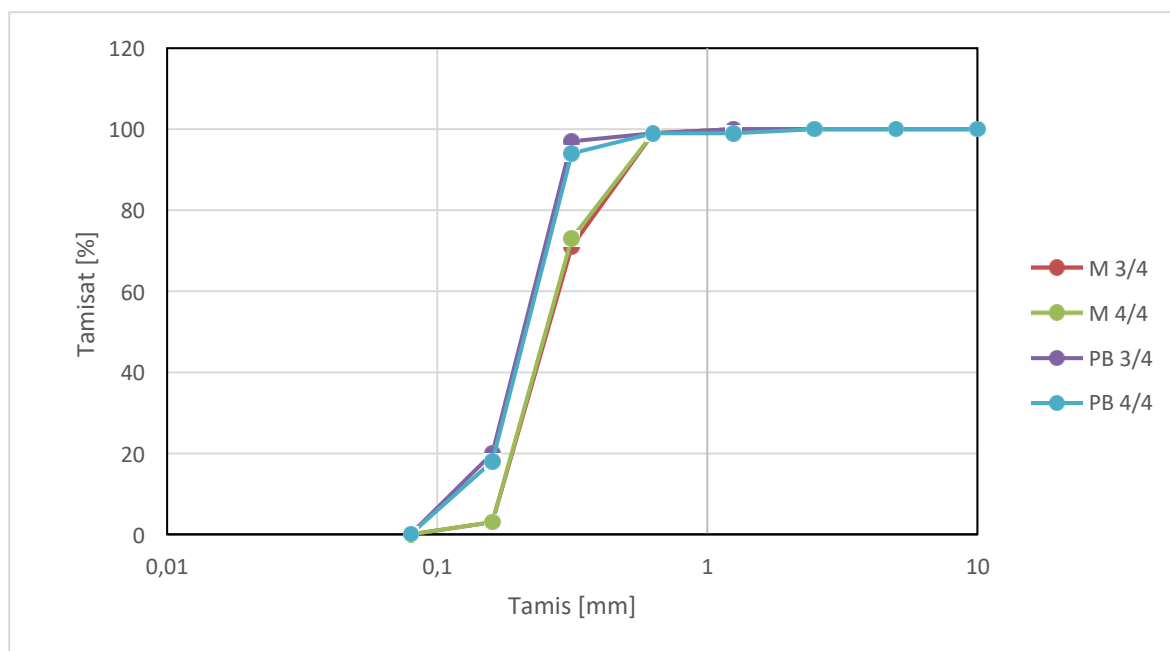


Figure 28 : Courbe granulométrique - sédiments propres.

4.1.2. Perte au feu.

La perte au feu permet de déterminer la quantité de matières organiques présente dans les sédiments. L'essai a été réalisé selon la norme NF EN 12879.

Les sédiments de contaminés de type Millerand ont présenté une importante perte de masse, après la calcination, de l'ordre de 10% montrant des signes de présence de la matière organique. Cependant, pour les Sédiments contaminés de type Pointe-Basse, la perte de masse était moins importante, et à l'ordre de 1%.

Le tableau 15 présente les résultats de l'essai de perte au feu sur des sédiments contaminés.

	M 1/4	M 2/4	PB 1/4	PB 2/4
%	9,39	10,93	1,66	1,08

Tableau 15: Résultats d'essai perte au feu sur les sédiments contaminés.

Pour les sédiments propres, le tableau 16 présente les résultats de l'essai de perte au feu. Les deux types de sédiments propres n'ont pas montré des traces de présence de la matière organique. En effet, la perte de masse par calcination était négligeable.

	M 3/4	M 4/4	PB 3/4	PB 4/4
%	0,45	0,44	0,69	0,64

Tableau 16 : Résultats d'essai perte au feu sur les sédiments propres.

4.1.3. Diffraction par rayons X.

L'analyse par la technique de DRX, réalisée sur des poudres de différents sédiments a montré que les principales phases minérales retrouvées sont :

- Le quartz en majeure partie dans les sédiments ; il est très abondant dans les sols avec l'albite et le microcline.
- L'albite et le microcline : espèces minérales de la famille des feldspaths.
- La dolomite et la calcite : des carbonates.
- L'halite : une forme cristalline du sel.

4.1.4. Teneur en sulfate.

La présence de l'halite dans les sédiments, qui est une forme cristalline du sel, mène à une investigation sur d'autres substances qui peuvent être nuisibles, par des attaques chimiques, aux matériaux cimentaires à base de sédiments. Pour cela, on a calculé la teneur en sulfate des sédiments utilisés en recourant la norme ASTM C 1580 désigné sous le nom : *Méthode d'essai standard pour le sulfate hydrosoluble dans le sol*.

Le calcul de la teneur en sulfate a été réalisé pour deux types de sédiments propres Pointe-Basse (2/4) et Mirelland (4/4).

Le principe de l'ASTM C 1580 se base sur un spectrophotomètre qui nous donne la teneur en sulfate sous forme de concentration en ion de SO_4^{2-} en mg/l et cela en utilisant deux fioles différentes de volume 20ml et 10ml.

Le tableau 17 récapitule les résultats de calcul de teneur en sulfate pour les sols propres.

Type des sols	A ₁ = 20ml	A ₂ = 10 ml
Pointe-Basse (2/4)	0,029 %	0,108 %
Millerand (4/4)	0,025 %	0,033 %

Tableau 17 : Teneur en sulfate pour les sédiments propres.

On conclut de cette mesure que la teneur en sulfate pour ces deux types de sédiments, utilisés dans nos formulations, est pratiquement négligeable. Ce résultat corréle bien avec le fait que c'est des sédiments propres.

4.2. Expansion et variation de masse

- Attaque sulfatique externe (ESA)
- Expansion.

Les mesures d'expansion réalisées sur les barres de type ESA indiquent une augmentation monotone de l'allongement avec le temps (figure 30). En effet, après 28 semaines, l'expansion moyenne des barres est de 0.38%. Cette augmentation de l'expansion avec le temps s'est accompagnée d'effritement et de perte de masse de l'échantillon. Des signes de détérioration et de fissuration sont clairement visibles sur les barres immergées (figure 29).



Figure 29 : signes de détérioration des barres ESA.

A titre de comparaison, (Genoves et Soriano, 2015) ont rapporté des niveaux d'expansions sur des barres de mortier de ciment immergées dans une solution de 15% de Na_2SO_4 . Après 49 jours d'exposition, ils ont mesuré un niveau d'expansion de 0.55% pour un rapport E/C de 0.5 et un autre niveau d'expansion de 0.25% pour un rapport E/C de 0.6.

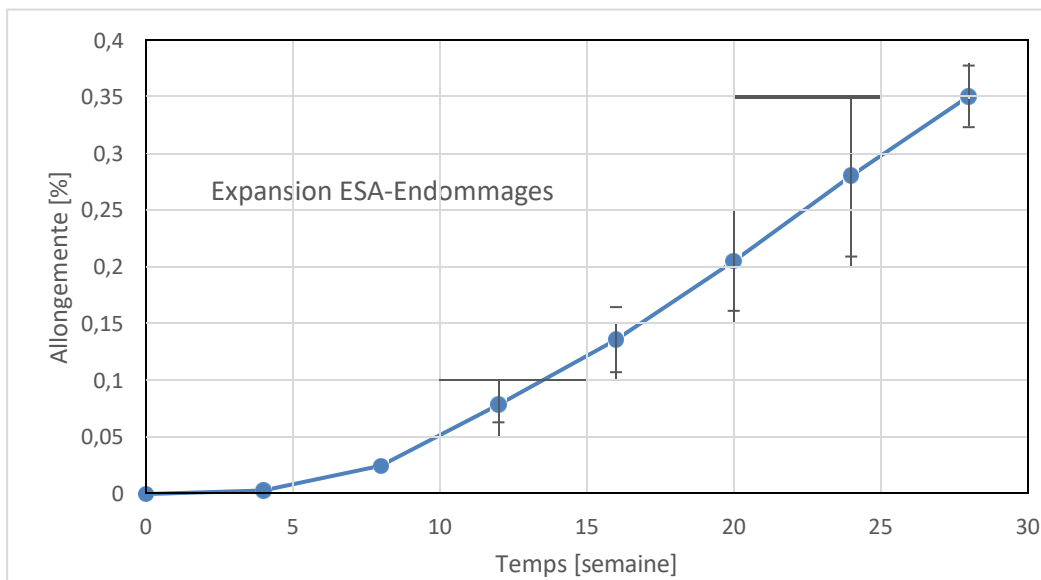


Figure 30 : Expansion des barres ESA.

- Variation de masse ESA

Après une croissance initiale rapide, la variation de masse ESA croît lentement avec le temps en s'approchant d'une valeur initiale de 0.03% à 20 semaines d'exposition (figure 31). On note ensuite une légère baisse vers la fin de l'échéance de 24 semaines.

L'augmentation est expliquée par la pénétration des ions SO_4^{2-} dans les pores capillaires de l'échantillon (Gagné, 2018), à travers la peau du mortier présentant une certaine porosité, ce qui augmente la masse de l'échantillon.

A l'échéance de 25 semaines, on remarque une diminution de la masse. En effet, l'effritement qui apparaît sur les barres ESA à cet âge génère cette perte de masse.

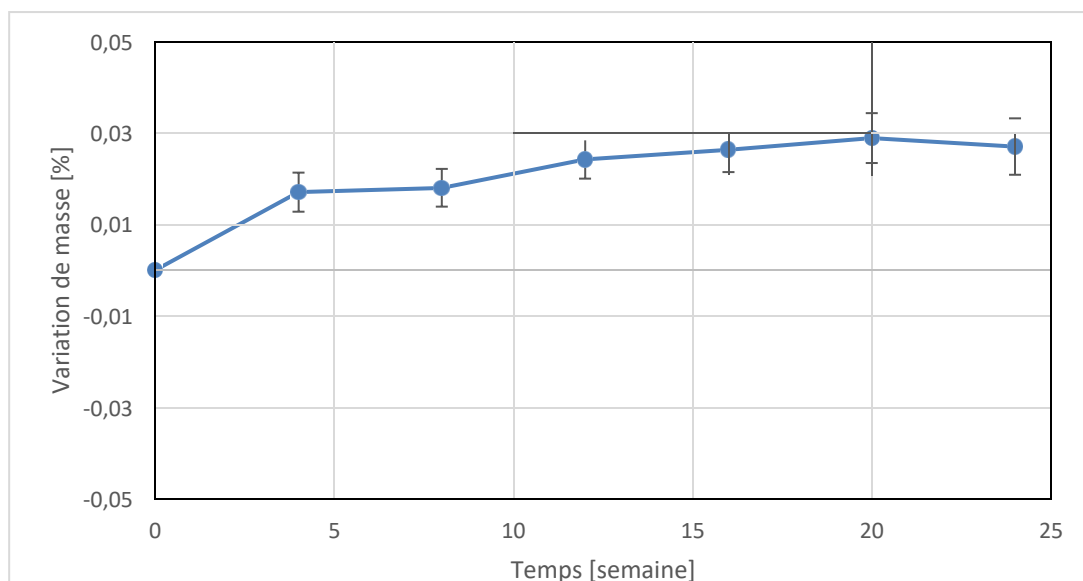


Figure 31 : Variation de masse ESA.

- Courbe Allongement-Masse.

La variation de l'expansion en fonction de prise de la masse indique une augmentation de l'allongement générant une prise de masse (figure 32). Les points de variations sont affichés sur la figure suivante avec une régression dont le point de détermination

La corrélation est non linéaire montre une forme en puissance avec R^2 de 0.8789.

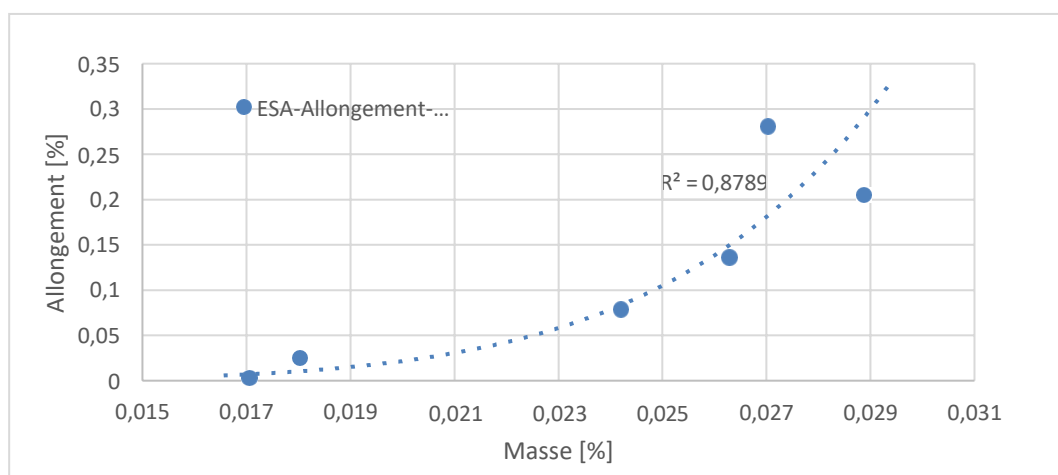


Figure 32 : Variation de l'allongement en fonction de la masse pour ESA.

- **Attaque sulfatique interne (ISA)**

- Expansion.

Les trois formulations de ISA ont montré une augmentation d'expansion en fonction de l'ajout supplémentaire de la teneur en gypse. En effet, la gâchée ISA10 avec un pourcentage massique de 10% en gypse, a montré l'expansion la plus élevée de 0.05% après 26 semaines de fabrication. Ensuite, la formulation ISA5 avec une expansion de 0.043% sur la même période. La gâchée avec la teneur la plus faible en gypse, a développé l'expansion la plus faible, soit 0.025% après 28 semaines (figure 33).

A titre comparatif, (Genoves et Soriano, 2015) ont étudié l'effet d'une attaque sulfatique interne, et ont rapporté une expansion de 0.5% après 21 jours de fabrication. Les mesures ont été faites sur des barres de mortier de ciment avec un pourcentage massique de 3% en gypse et un rapport E/C de 0.6.

Rappelons qu'aucune formulation de référence n'a été soumise aux essais d'expansion, pour procéder à une comparaison avec les formulations d'exposition.

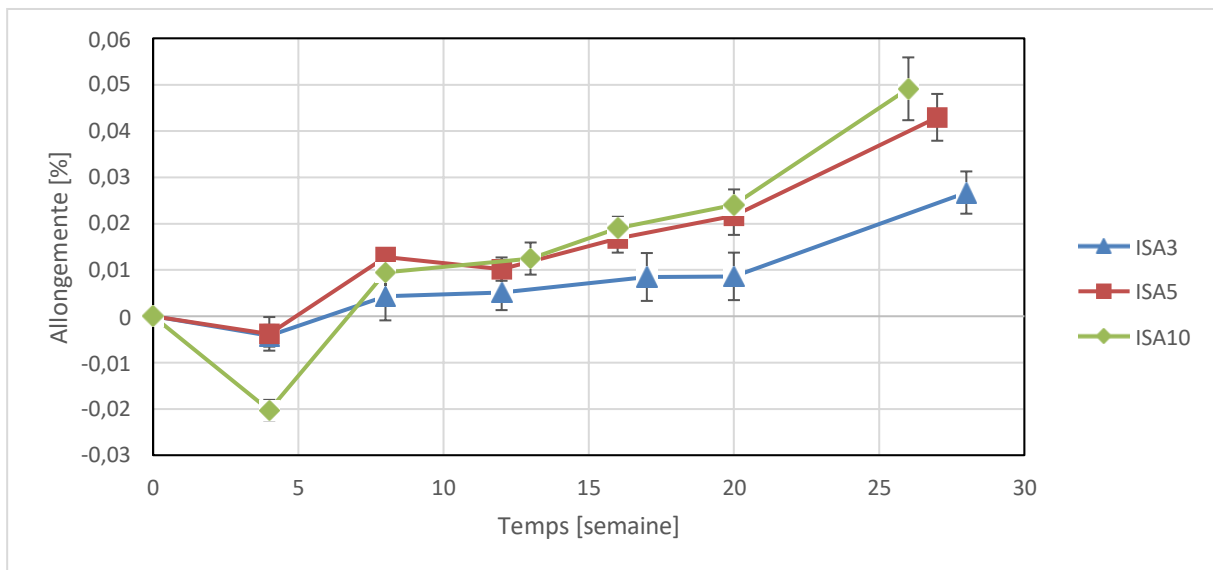


Figure 33 : Expansion des barres ISA.

- **Variation de masse**

Les différentes formulations soumises à l'attaque sulfatique interne (ISA3, ISA5 et ISA10) ont montré une perte de masse rapide durant les 4 premières semaines suivie d'une certaine stabilisation (figure 8).

Cette chute de masse peut être causée par la phase de séchage utilisée dans notre protocole, générant l'évaporation de l'eau des pores en raison du séchage des échantillons pendant 24 heures dans une

étuve à 35°C. Elle peut aussi être aussi associée au phénomène de dissolution de gypse dû au séchage. En effet, on remarque que par augmentation du pourcentage en gypse dans une formulation, sa perte de masse augmente (figure 34).

Par comparaison de changement de masse pour ESA et les ISA, la source de sulfate existe déjà dans les gâchées de ISA alors que dans le premier, les ions de sulfate procèdent à un mécanisme de transport à travers la peau de ciment (Hartell, 2008) et ainsi favorisent l'augmentation de sa masse.

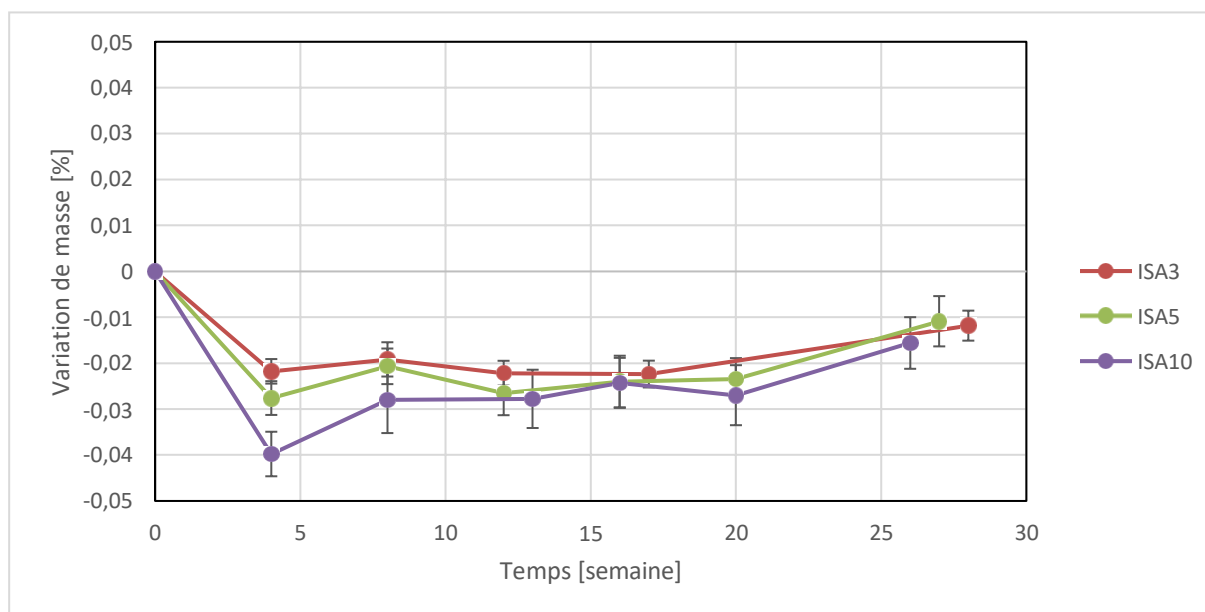


Figure 34 : Variation de masse ISA.

La figure 35 illustre l'expansion des ISA en fonction de leurs masses; pour les trois formulations, l'augmentation de l'allongement produit une prise de masse.

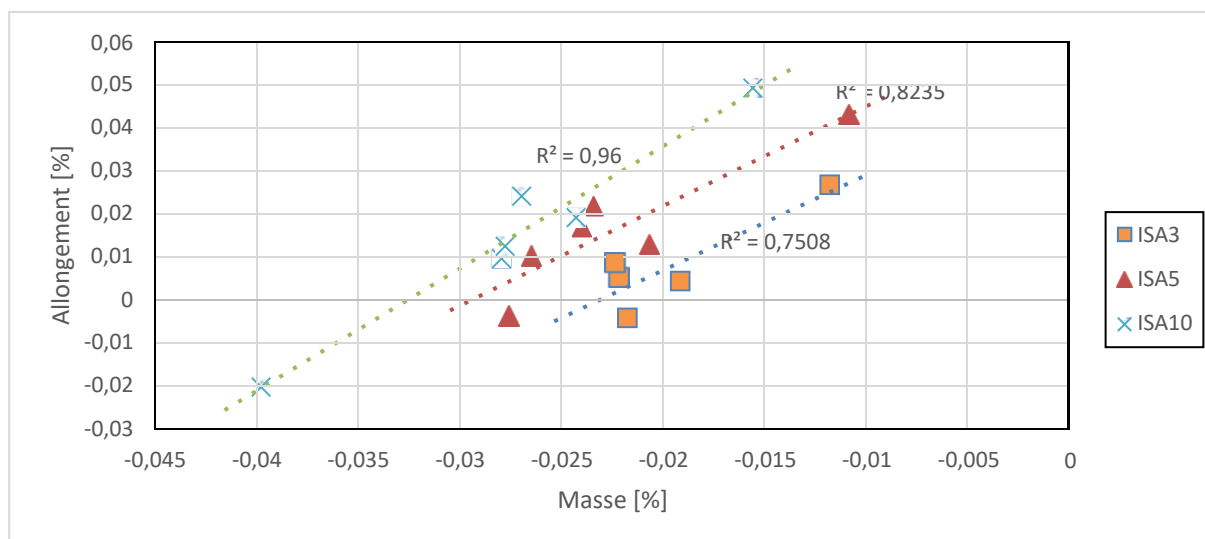


Figure 35 : Variation de l'allongement en fonction de la masse des ISA.

4.3. Essais destructifs.

4.3.1. Résistance à la compression.

La figure 36 donne les résultats de résistance à la compression pour les cinq gâchées. Dans le cas de ESA on remarque une diminution de la résistance à la compression moyenne avec le temps. La valeur passe de 52 MPa (12 semaines) à 42 MPa (28 semaines).

Les gâchées ISA montrent aussi une diminution des valeurs moyennes de résistance cette résistance par augmentation de pourcentage de gypse. Cette baisse est plus marquée pour les gâchées avec un pourcentage de gypse plus élevé. Ce résultat apparaît logique par le fait que le gypse ajouté est un remplacement de ciment ainsi une diminution de la résistance mécanique.

La formulation ISA3 passe de 48 MPa (12 semaines) à 42 MPa (20 semaines), puis elle atteint son maximum à 28 semaines avec une résistance en compression moyenne de 49 MPa. De même ISA5 ont passé de 46 MPa (12 semaines) à 43 MPa (20 semaines), puis à 47 MPa (28 semaines). Les cubes de ISA5 indiquent une résistance moyenne de l'ordre de 40 MPa à 12 semaines et 20 semaines, puis une résistance moyenne de 45 MPa (28 semaines)

Les échantillons de référence montrent une bonne résistance peu variable, avec une moyenne aux alentours de 50 MPa (figure 10).

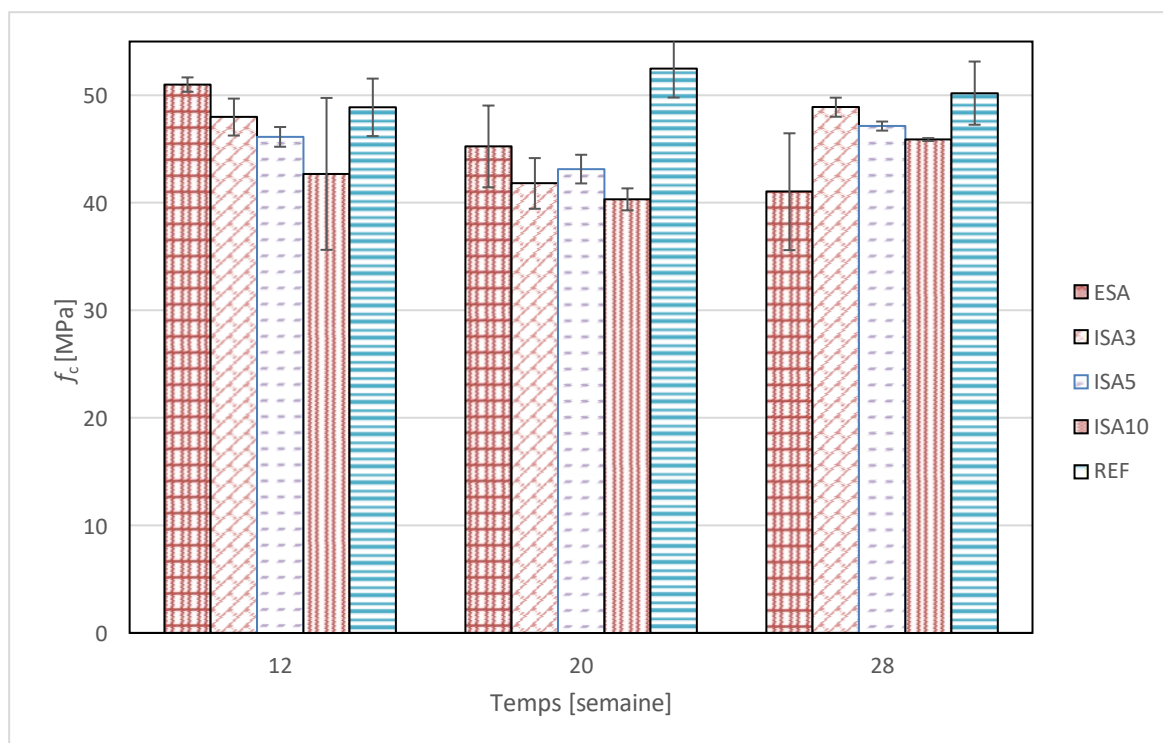


Figure 36 : Essai de résistance en compression (ESA, ISA3, ISA5, ISA10, REF).

4.3.2. Résistance à la traction indirecte

La figure 37 montre les résultats de l'essai de traction indirecte pour les différentes formulations. La résistance à la traction moyenne a montré des résultats dispersés pour les gâchées ISA. En effet, l'augmentation du pourcentage en gypse n'a pas conduit à faire des variations cohérentes de la résistance à la traction.

La résistance à la traction des échantillons ESA a continué à augmenter pour les trois échéances de 12, 20 et 30 semaines. En effet, ils ont passé de 4.6 MPa (12 semaines) à 6 MPa (30 semaines). Ceci diffère avec le comportement en compression qui a montré une décroissance avec le temps. Les cylindres destinés au test brésilien n'ont pas montré des signes visuels d'endommagement.

Les éprouvettes REF ont indiqué une augmentation de la résistance moyenne avec le temps, passant de 5.4 MPa (12 semaines) à 6.8 MPa (30 semaines).

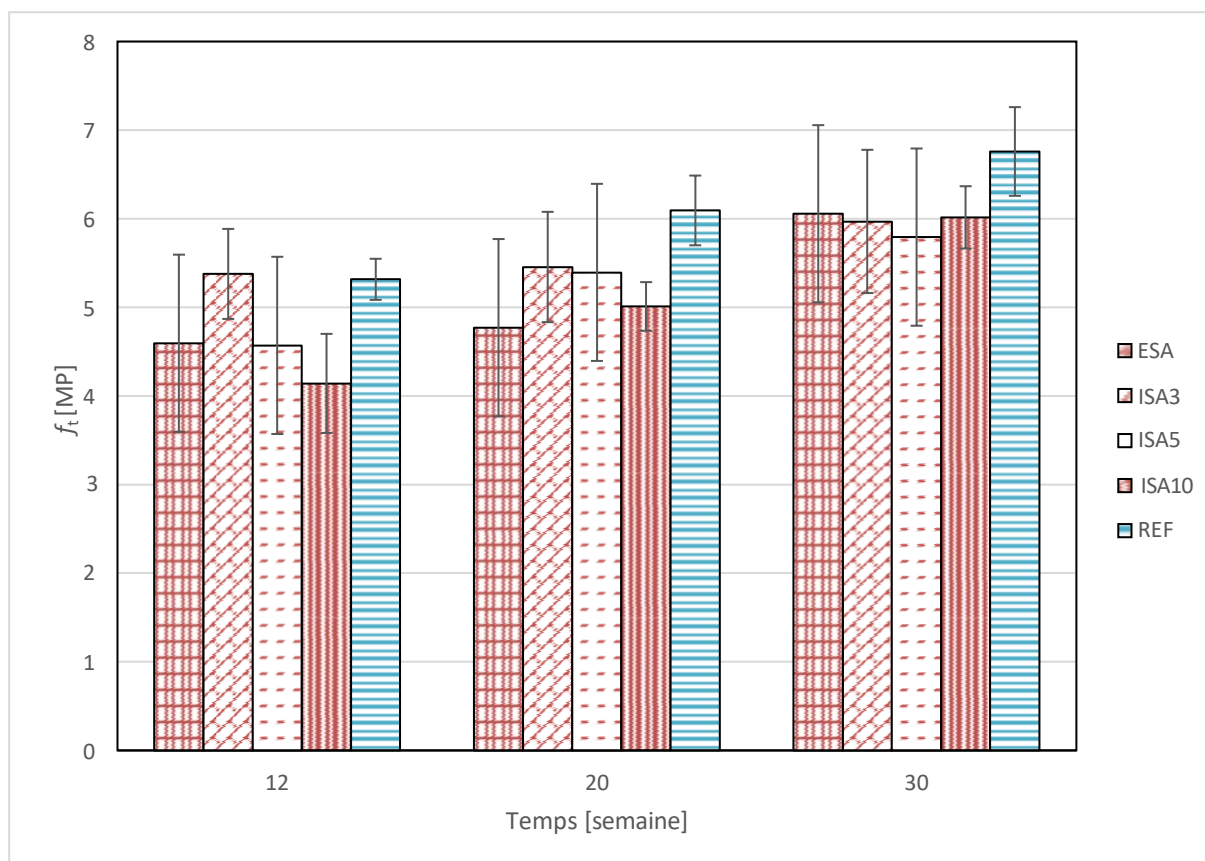


Figure 37 : Résultats de l'essai de résistance en traction (ESA, ISA3, ISA5, ISA10, REF).

4.4. Résultats des essais Non-Destructifs

4.4.1. UPV.

• ESA

Le suivi de l'UPV des éprouvettes de ESA, montre une diminution de la vitesse ultrasonore avec le temps (figure 38). En effet, la vitesse passe de 4170 m/s (4 semaines) à 3890 m/s (31 semaines).

Les éprouvettes REF ont présenté une certaine dispersion de valeurs d'UPV au début des échéances, puis ont poursuivi une décroissance avec le temps. Ils ont passé de 4200 m/s (4 semaines) à 4050 m/s (30 semaines).

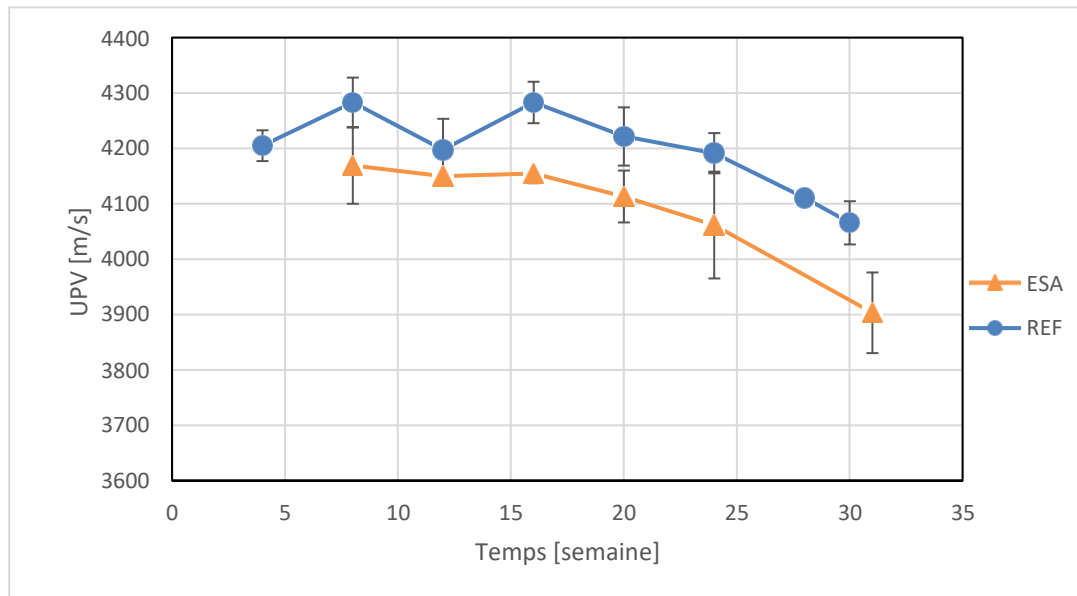


Figure 38 : Résultats UPV pour ESA.

L'UPV mesurée en fonction de l'allongement pour ESA montre une certaine corrélation négative (figure 39) : l'allongement des éprouvettes s'est traduit par une diminution de la vitesse ultrasonore.

Soulignons que l'UPV est mesurée sur des éprouvettes cylindriques, alors que l'expansion est mesurée sur des barres de mortier; ce ne sont donc pas les mêmes échantillons qui sont comparés, mais les mélanges.

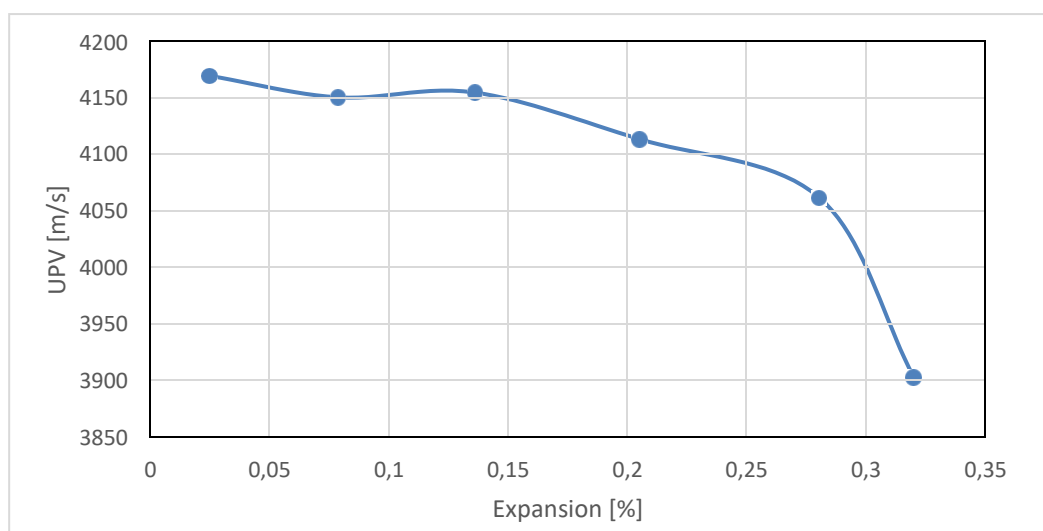


Figure 39 : UPV en fonction de l'expansion pour ESA.

- **ISA**

Pour les formulations de type ISA, on remarque une diminution de la vitesse initiale des ondes ultrasonores avec l'augmentation de pourcentage en gypse (figure 40). En effet, ISA10 présente la vitesse la plus faible qui diminue avec le temps passant de 3750 m/s à jeune âge, à 3690 m/s à l'échéance de 26 semaines.

Les éprouvettes ISA5 montrent une variation au début des échéances pour atteindre une vitesse de l'ordre de 3800 m/s à 30 semaines.

Les éprouvettes ISA3 présentent les vitesses ultrasonores les plus élevées en comparaison aux autres gâchées ISA. On observe une certaine augmentation de vitesse au début des échéances, puis une diminution par la suite vers une vitesse de 3900 m/s à l'âge de 30 semaines.

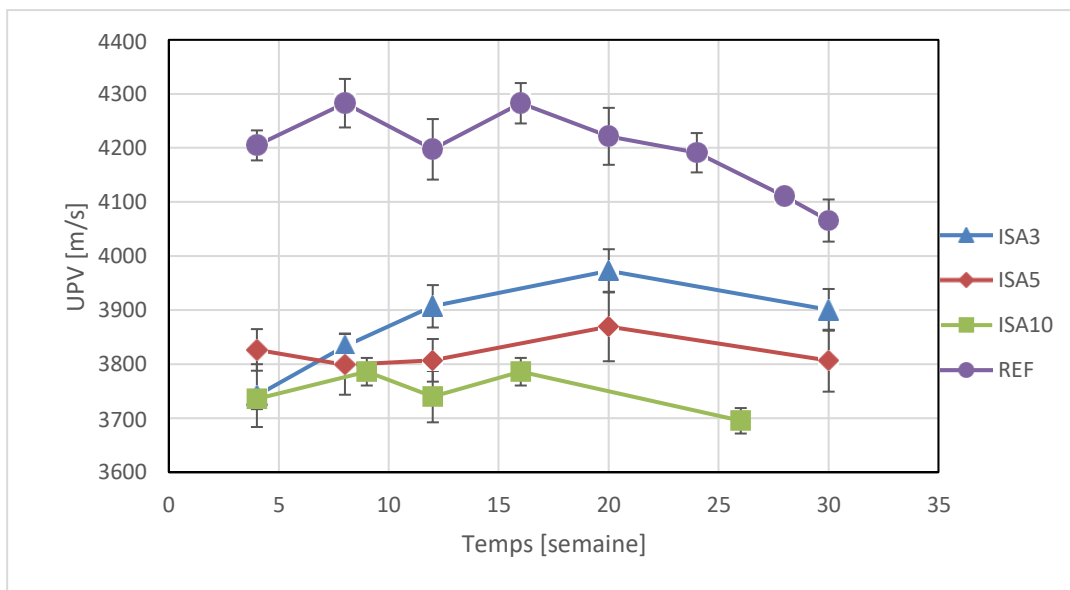


Figure 40 : Résultats UPV - ISA.

La figure 41 illustre la variation de la vitesse UPV en fonction du paramètre d'allongement pour les trois formulations de ISA. Aucune tendance significative ne peut être tirée de ces données.

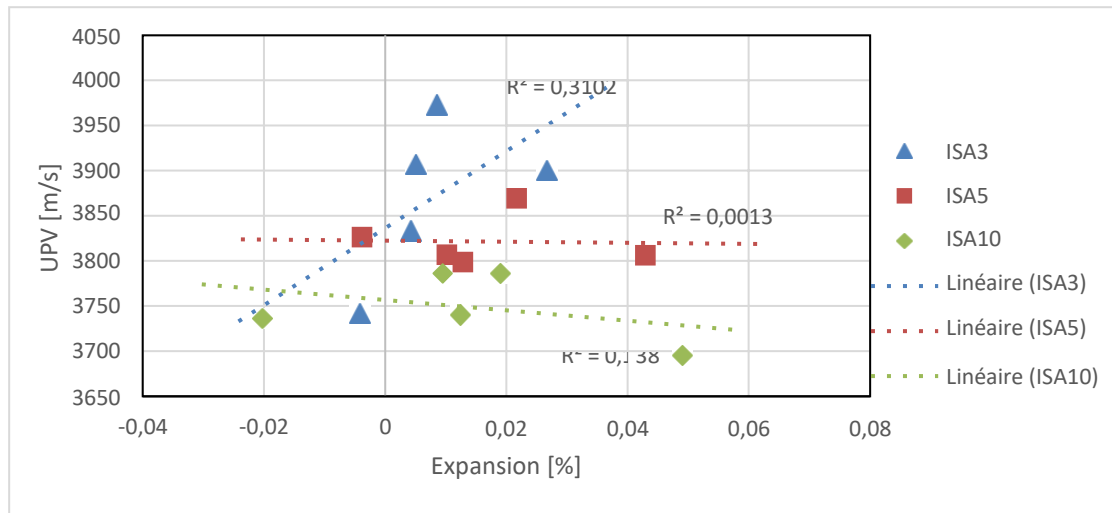


Figure 41 : UPV en fonction de l'expansion pour ISA.

4.4.2. NIRAS.

4.4.2.1. ESA

L'évaluation de la détérioration des ESA par la technique de NIRAS a été effectuée sur trois éprouvettes cylindriques (ESA-1, ESA-2 et ESA-3), et à différentes échéances.

- **Éprouvette ESA-1.**

- **20 semaines : $f_0 = 15210$ Hz**

Après 20 semaines d'exposition, l'éprouvette ESA-1 montre une diminution de fréquence avec l'augmentation de l'impact (décalage fréquentiel). En effet, l'échantillon passe de $f_0 = 15210$ Hz à $f_1 = 15160$ Hz (figure 42).

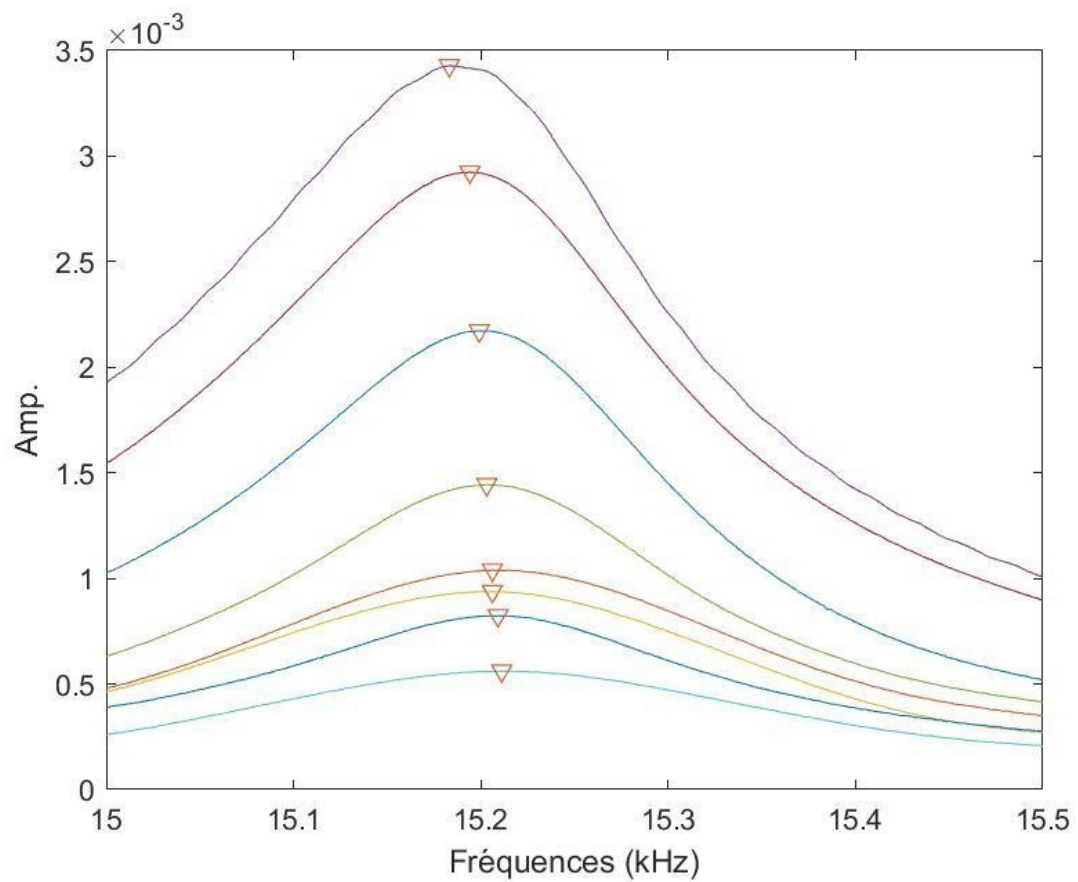


Figure 42 : Résultat NIRAS pour ESA-1 à 20 semaines.

- **32 semaines : $f_0 = 15190$ Hz**

De même, à 32 semaines l'éprouvette ESA-1 présente un décalage fréquentiel, en passant de $f_0 = 15190$ Hz à $f_1 = 15170$ Hz (figure 43).

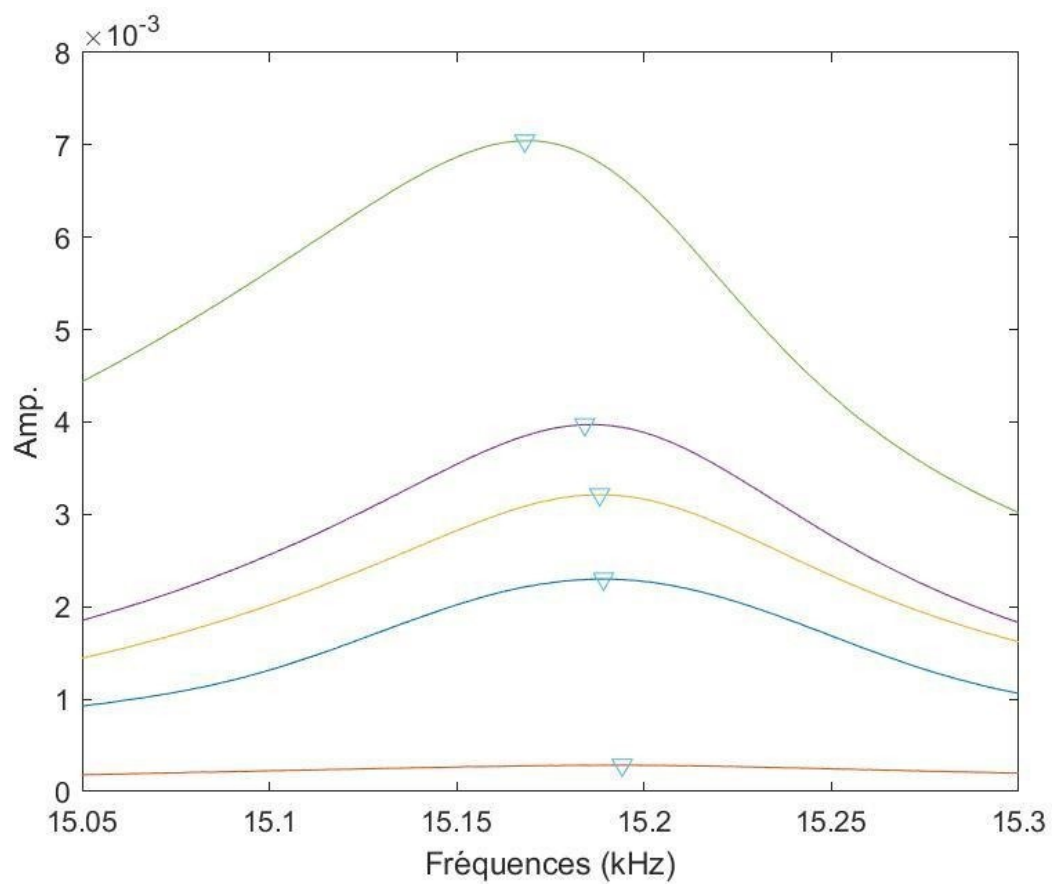


Figure 43 : Résultat NIRAS pour ESA-1 à 32 semaines.

- **Éprouvette ESA-3.**
- **20 semaines : $f_0 = 15534$ Hz**

Un faible décalage de fréquence est observé à l'âge de 20 semaines pour l'éprouvette ESA-3, passant de $f_0 = 15534$ Hz à $f_1 = 15510$ Hz (figure 44).

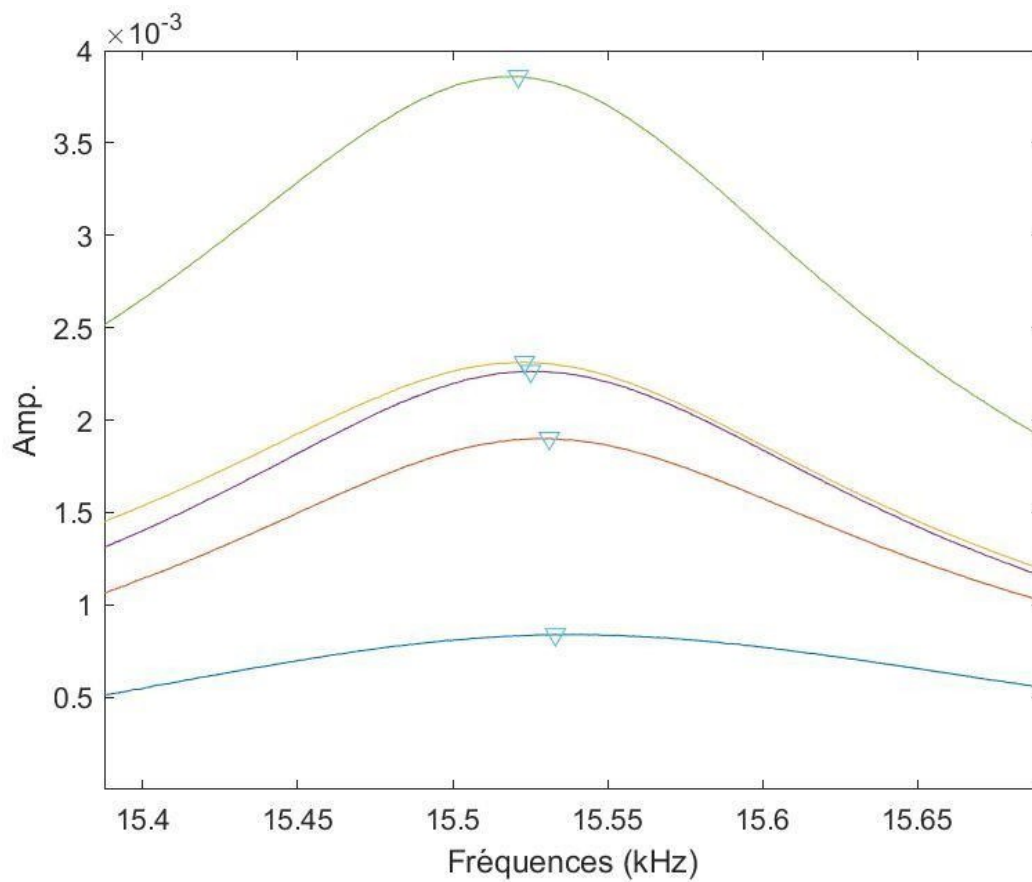


Figure 44 : Résultat NIRAS pour ESA-3 à 20 semaines.

- **32 semaines : $f_0 = 15630$ Hz**

À 32 semaines, un faible décalage fréquentiel a été observé passant de $f_0 = 15630$ Hz à $f_1 = 15620$ Hz (figure 45). Cependant, du passage de 20 semaines à 32 semaines, une augmentation de la fréquence de résonance est visualisée sur ESA-3.

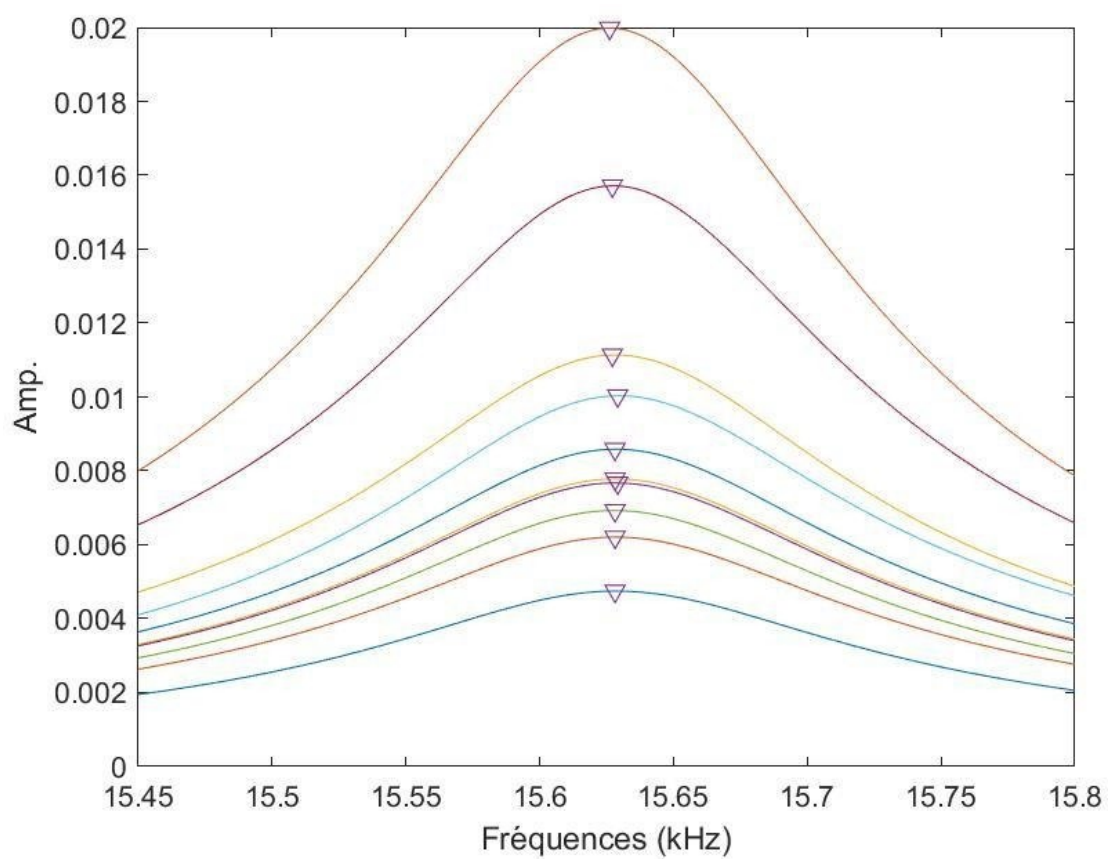


Figure 45 : Résultat NIRAS pour ESA-3 à 32 semaines.

Le tableau 18 récapitule les fréquences de résonance et le module dynamique calculés pour les trois éprouvettes de ESA.

Échantillons ESA	Temps [semaine]	Fréquence de résonance f_0 [Hz]	E_{dyn} (GPa)
ESA-1	4	15367	27,8
	8	15715	29,1
	20	14210	23,7
	24	14685	25,4
	32	15190	27,1
ESA-2	4	15070	26,9
	8	15707	29,3
	20	15480	28,4
	24	15509	28,5
	32	15650	29,1
ESA-3	4	14896	25,7
	8	15687	28,5
	20	15534	28
	24	15497	27,8
	32	15630	28,3

Tableau 18 : Fréquence de résonance et module dynamique de ESA.

4.4.2.2. ISA 3 %.

La technique de NIRAS pour la gâchée ISA-3 a été réalisé sur trois éprouvettes (ISA3-1, ISA3-2 et ISA3-3), selon plusieurs échéances : 4, 8, 16, 22 et 30 semaines.

- **Éprouvette ISA3-1 :**

- **16 semaines : $f_0 = 14980$ Hz**

À 16 semaines, un décalage fréquentiel est observé sur l'éprouvette ISA3-1 montrant une diminution de fréquence de résonance avec l'augmentation de l'amplitude (figure 46). On a passé d'une fréquence de résonance initiale de $f_0 = 14980$ Hz à $f_1 = 14957$ Hz.

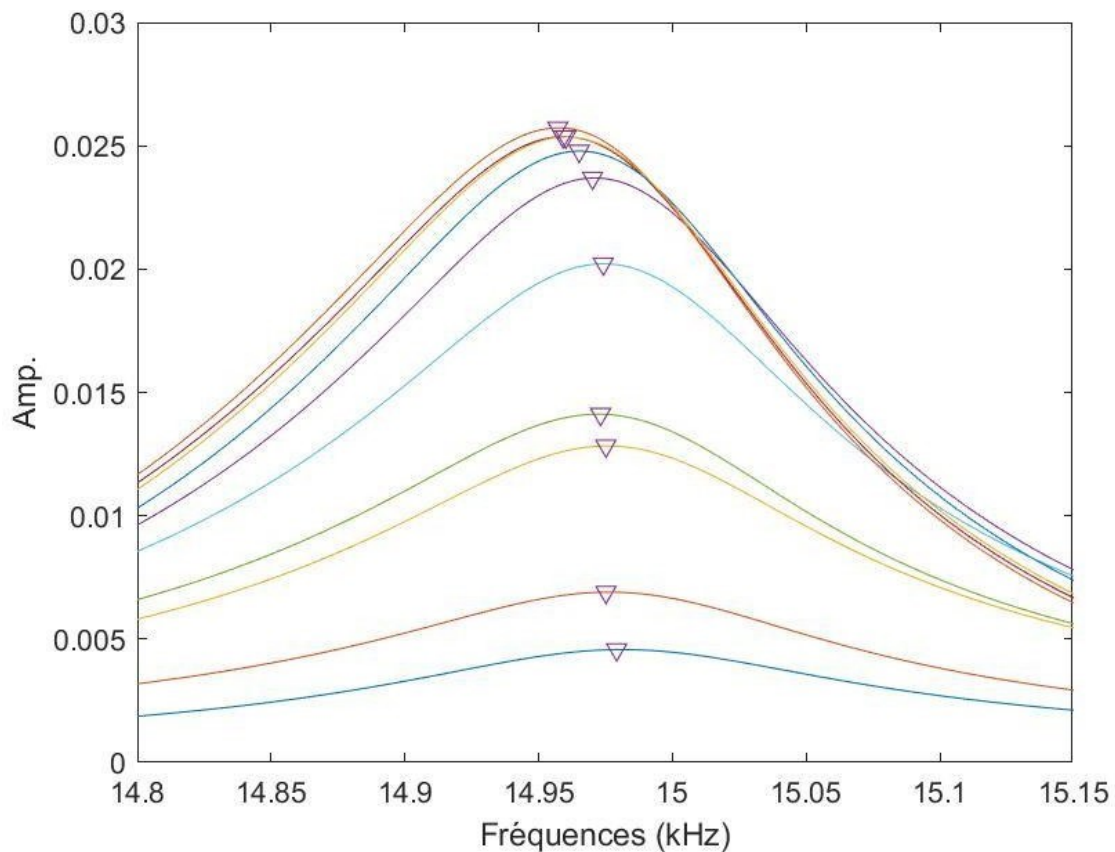


Figure 46 : Résultat NIRAS pour ISA3-1 à 16 semaines.

- **30 semaines : $f_0 = 15026$ Hz**

Après 30 semaines d'exposition, l'éprouvette ISA3-1 montre une faible diminution de fréquence de résonance passant de $f_0 = 15026$ Hz à $f_1 = 15010$ Hz (figure 47). Cependant, et à titre comparatif avec les résultats à 16 semaines, la fréquence de résonance globale a tendance à augmenter : de $f_0 = 14980$ Hz à 16 semaines à $f_0 = 15026$ Hz à 30 semaines.

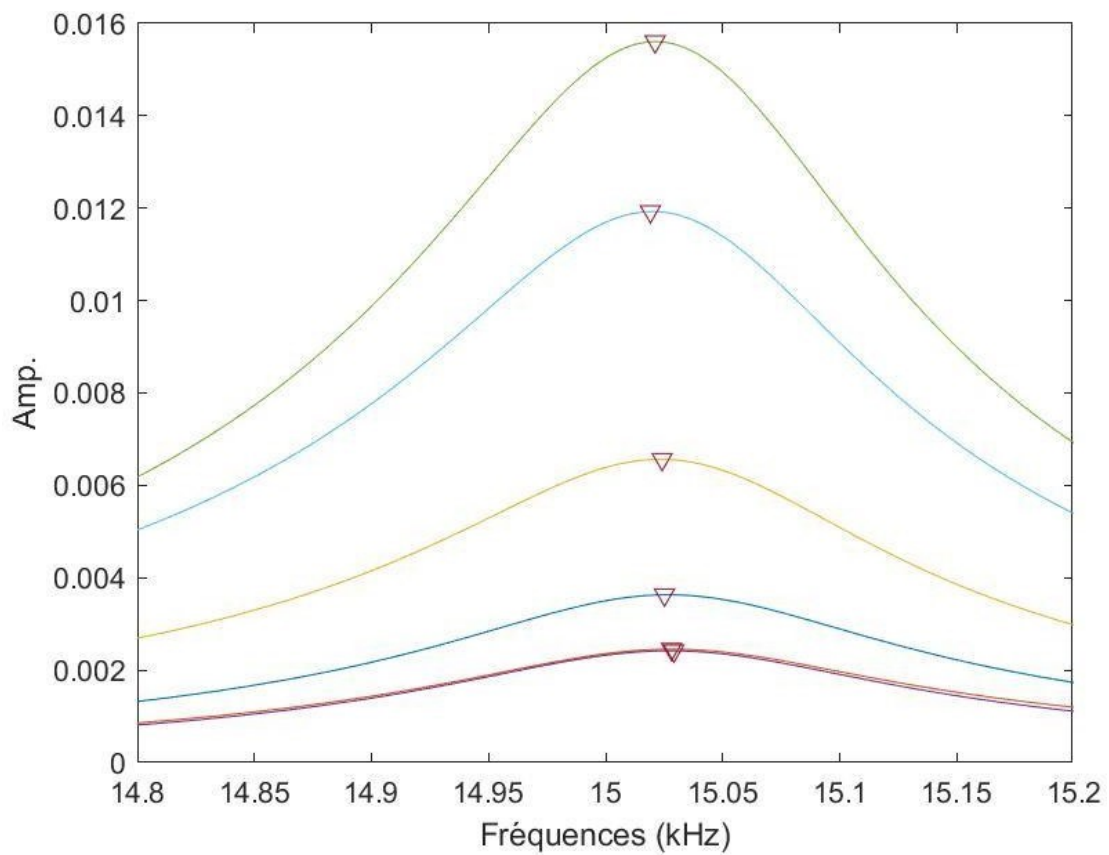


Figure 47 : Résultat NIRAS pour ISA3-1 à 30 semaines.

- Éprouvette ISA3-3 :
- 16 semaines : $f_0 = 15040$ Hz

Pour l'éprouvette ISA3-3, on remarque une faible diminution de fréquence de résonance instantanée allant de $f_0 = 15040$ Hz à $f_1 = 15030$ Hz (figure 48).

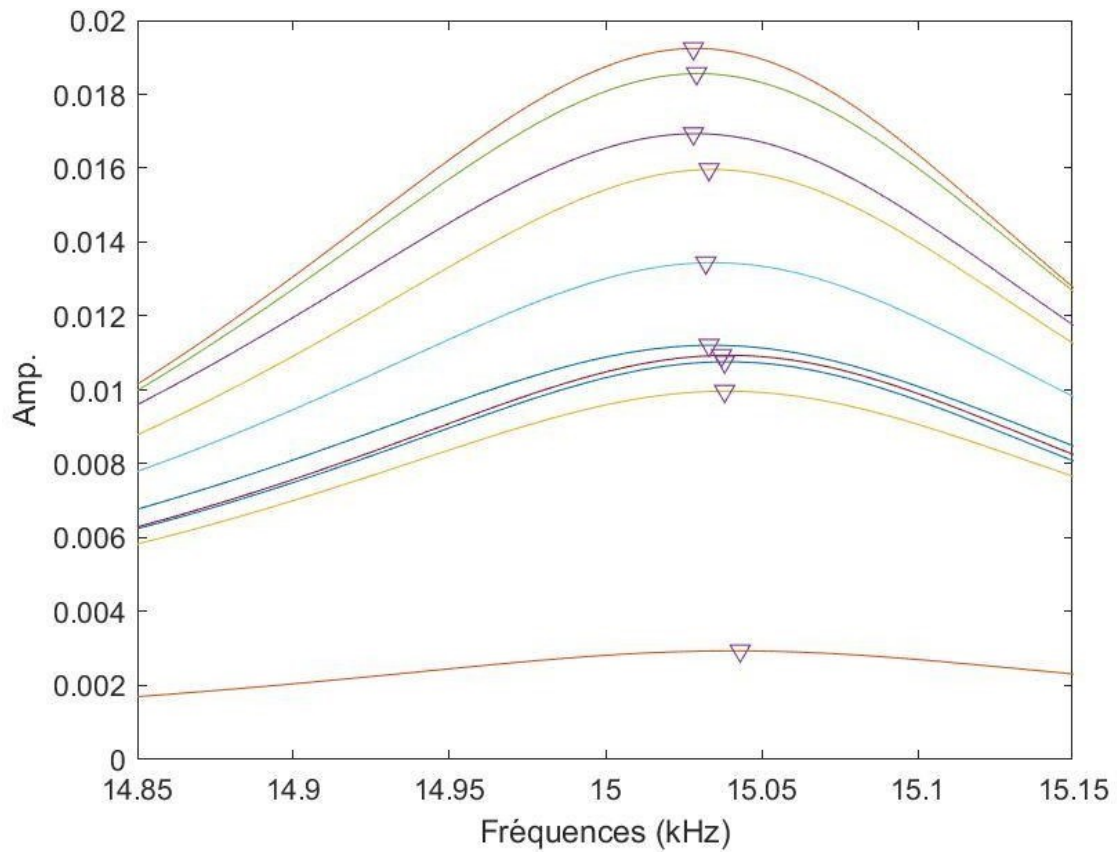


Figure 48 : Résultat NIRAS pour ISA3-3 à 16 semaines.

- **30 semaines : $f_0 = 15160$ Hz**

À 30 semaines, ISA3-3 montre un faible décalage fréquence allant de $f_0 = 15160$ Hz à $f_1 = 15150$ Hz (figure 49). Par comparaison entre 16 semaines et 30 semaines, on remarque aussi une augmentation de la fréquence de résonance de 120 Hz soit de 0,8% de sa valeur entre ces deux âges.

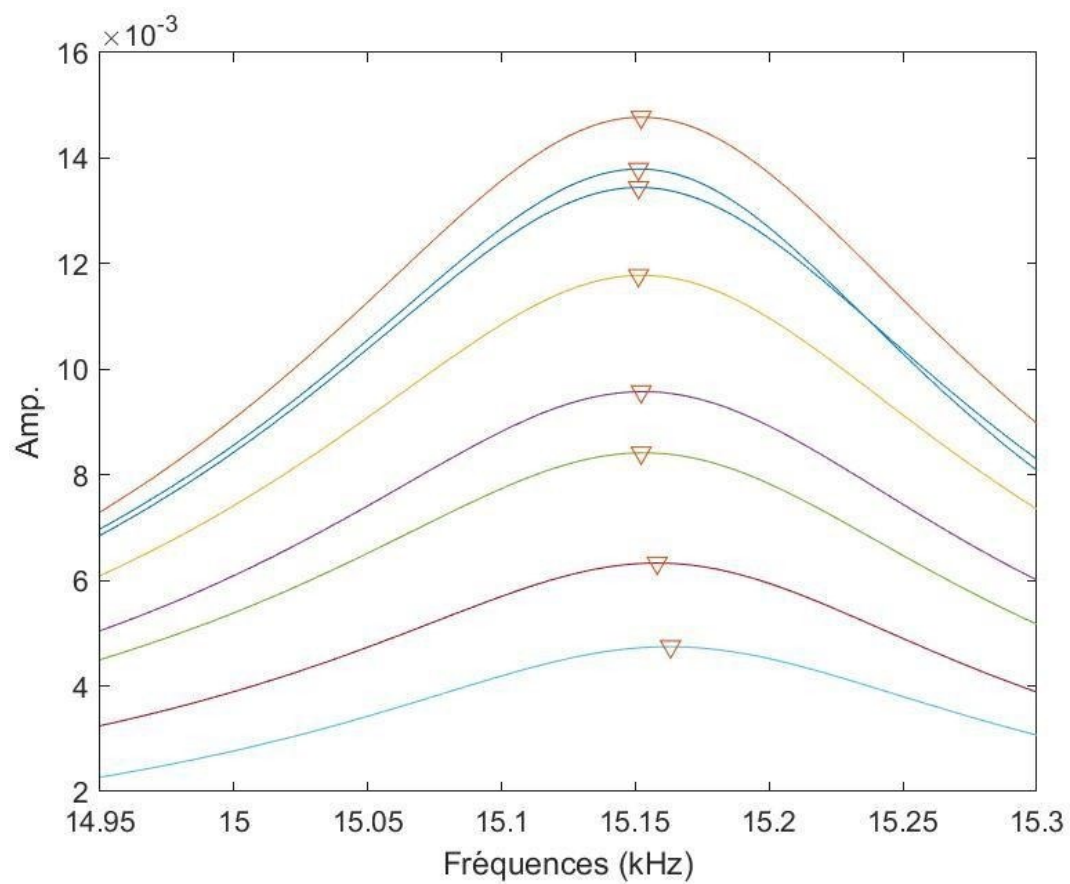


Figure 49 : Résultat NIRAS pour ISA3-3 à 30 semaines.

Le tableau 19 récapitule les résultats de NIRAS, à différents échéanciers des trois échantillons de type ISA3. On peut clairement remarquer une augmentation de cette fréquence avec le temps. Le module dynamique montre une dispersion de ses valeurs avec le temps. Ceci ne peut pas confirmer des signes de détérioration de ISA3 à l'aide de la technique de NIRAS.

Échantillons ISA 3%	Temps [semaine]	Fréquence de résonance f_0 [Hz]	E_{dyn} (GPa)
ISA3-1	4	14287	22,7
	8	14205	22,4
	16	14980	24,9
	22	14671	23,9
	30	15026	25,1
ISA3-2	4	14083	23,1
	8	14254	23,6
	16	14978	26,1
	22	14693	25,1
	30	15000	26,2
ISA3-3	4	14434	23,3
	8	14467	23,5
	16	15040	25,4
	22	14871	24,8
	30	15160	25,8

Tableau 19 : Module dynamique et fréquence de résonance de ISA3.

4.4.2.3. ISA 5%.

- Éprouvette ISA5-2 :
- 16 semaines : $f_0 = 14557$ Hz

À 16 semaines, l'éprouvette ISA5-2 montre un faible décalage fréquentiel en passant d'une fréquence de résonance $f_0 = 14557$ Hz à $f_1 = 14554$ Hz (figure 50).

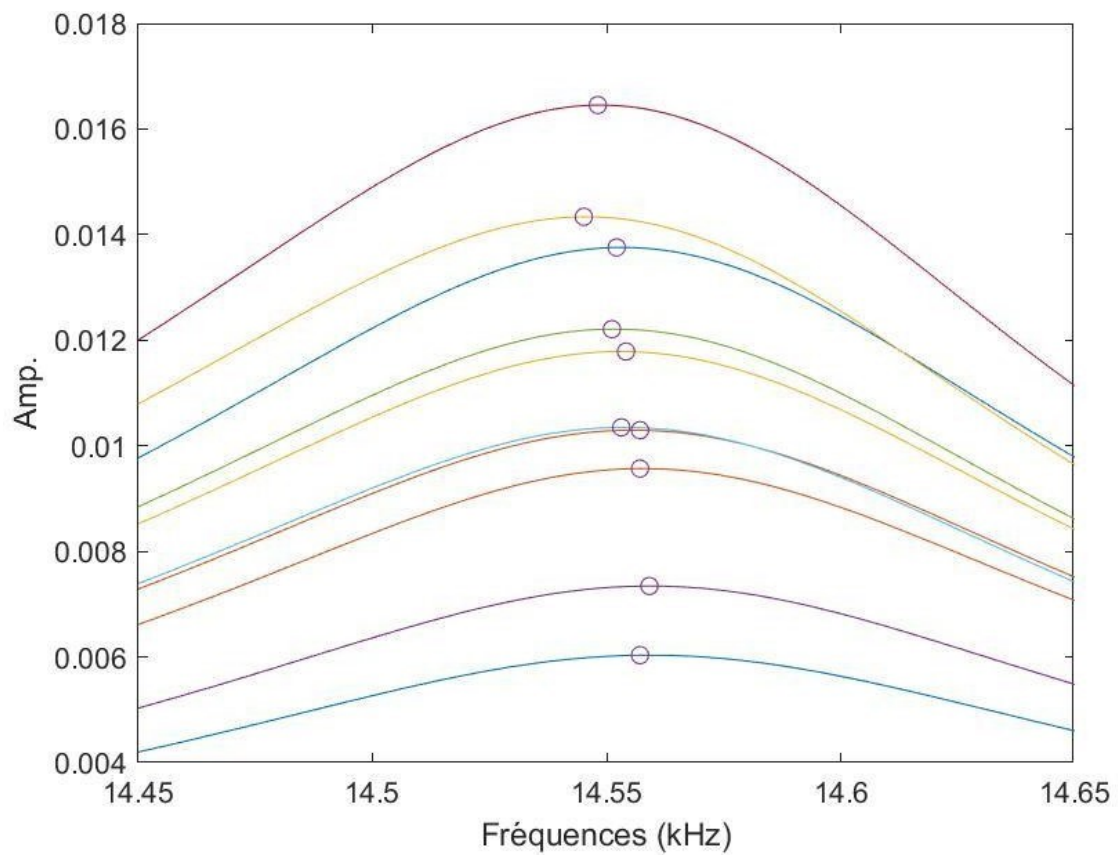


Figure 50 : Résultat NIRAS pour ISA5-2 à 16 semaines.

- **30 semaines : $f_0 = 14873$ Hz**

L'éprouvette ISA5-2 montre, à l'âge de 30 semaines, une faible diminution de la fréquence de résonance passant de $f_0 = 14873$ Hz à $f_1 = 14868$ Hz (figure 51)

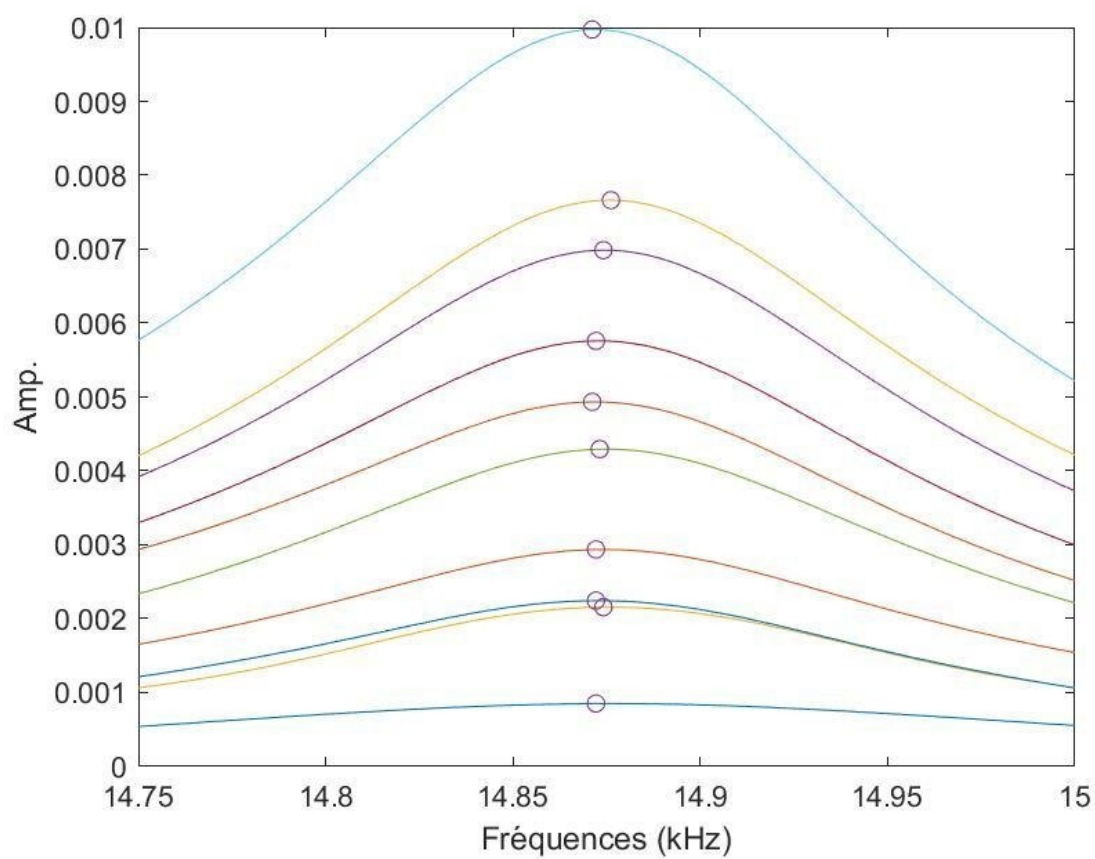


Figure 51 : Résultat NIRAS pour ISA5-2 à 30 semaines.

- Éprouvette ISA5-3 :
- 16 semaines : $f_0 = 14230$ Hz

À l'échéance de 16 semaines, ISA5-3 indique un décalage fréquentiel de 20 Hz par augmentation de l'impact (figure 52). En effet, elle change d'une fréquence de résonance $f_0 = 14230$ Hz à $f_1 = 14210$ Hz.

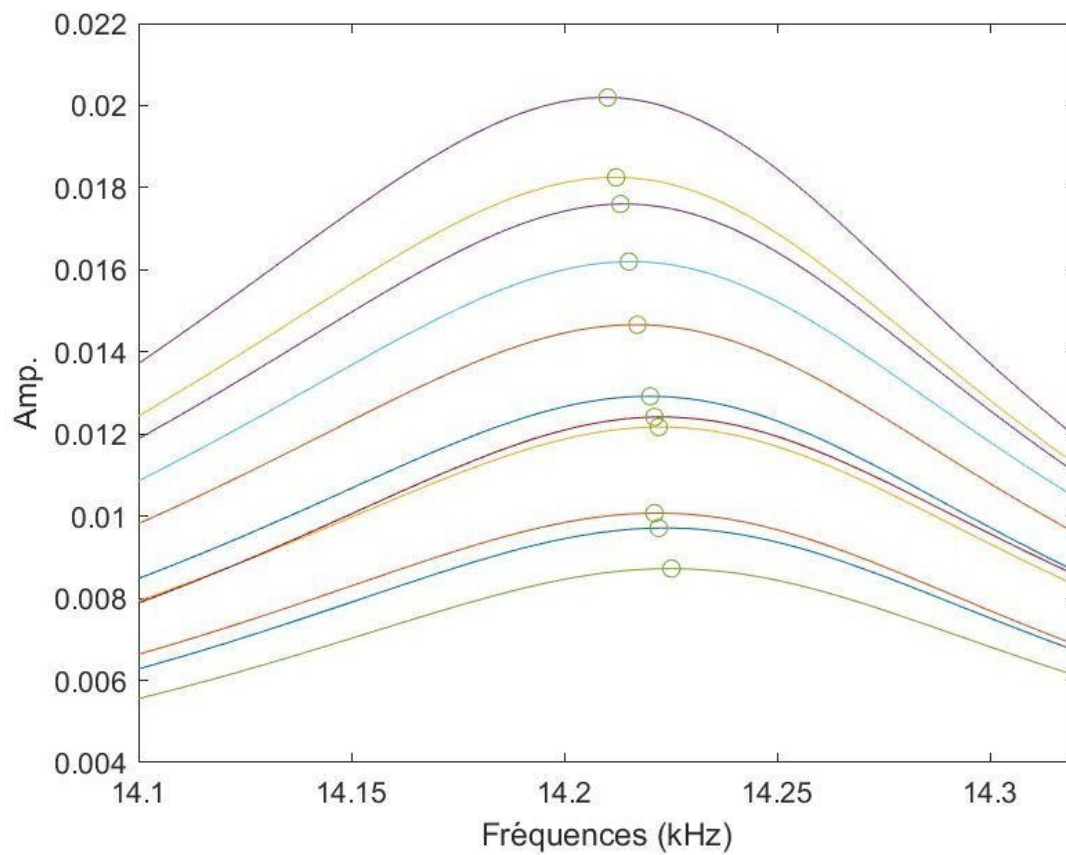


Figure 52 : Résultat NIRAS pour ISA5-3 à 16 semaines.

- **30 semaines : $f_0 = 14495$ Hz**

Pour ISA5-3, les résultats de NIRAS ne montrent pas un décalage fréquentiel significatif (figure 53). On observe un changement de $f_0 = 14495$ Hz à $f_1 = 14493$ Hz.

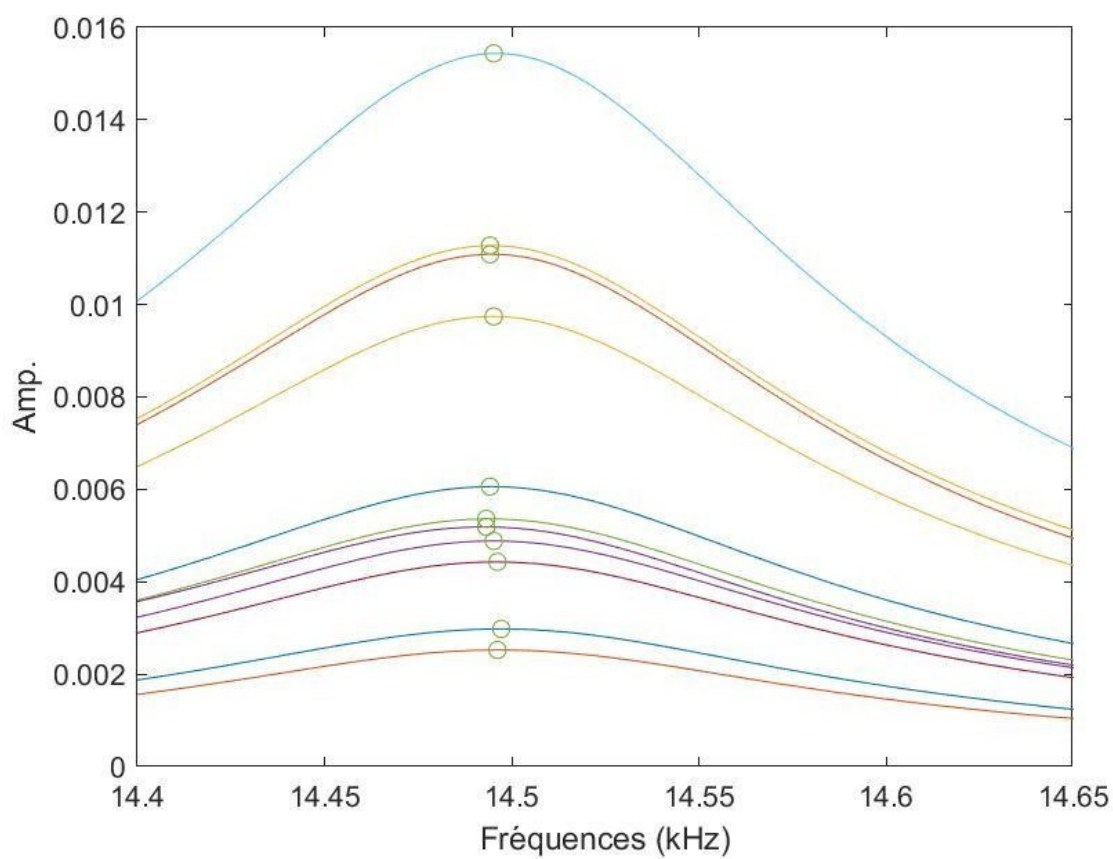


Figure 53 : Résultat NIRAS pour ISA5-3 à 30 semaines.

Les résultats de NIRAS pour les échantillons de type ISA5 montrent le même comportement que ceux de ISA3. En effet, pour les deux formulations le décalage fréquentiel mesuré est trop faible. En termes de fréquence de résonance et module d'élasticité dynamique, ISA5 présente des résultats dispersés qui tendent vers une augmentation à l'échéance de 30 semaines.

Le tableau 20 donne les résultats de calcul de la fréquence de résonance f_0 et le module d'élasticité dynamique E_{dyn} .

Échantillons ISA 5%	Temps [semaine]	Fréquence de résonance [Hz]	E _{dyn} (GPa)
ISA5-1	4	14262	21,7
	8	14414	22,2
	16	14753	23,3
	22	14585	22,7
	30	14960	23,9
ISA5-2	4	14153	22,9
	8	14336	23,5
	16	14557	24,3
	22	14493	24,08
	30	14873	25,3
ISA5-3	4	13884	22,03
	8	13940	22,2
	16	14230	23,1
	22	14118	22,7
	30	14495	24,01

Tableau 20 : Module dynamique et fréquence de résonance de ISA5.

4.4.2.4. ISA 10%.

L'essai NIRAS sur la gâchée ISA10 a été réalisé sur trois échantillons à trois échéances : 12 semaines, 16 semaines et 22 semaines.

- **Eprouvette ISA10-1 :**
 - **12 semaines : $f_0 = 13811$ Hz**

A 12 semaines un décalage fréquentiel est visualisé sur ISA10-1 montrant une tendance de diminution de fréquence avec l'augmentation de la sollicitation (figure 54).

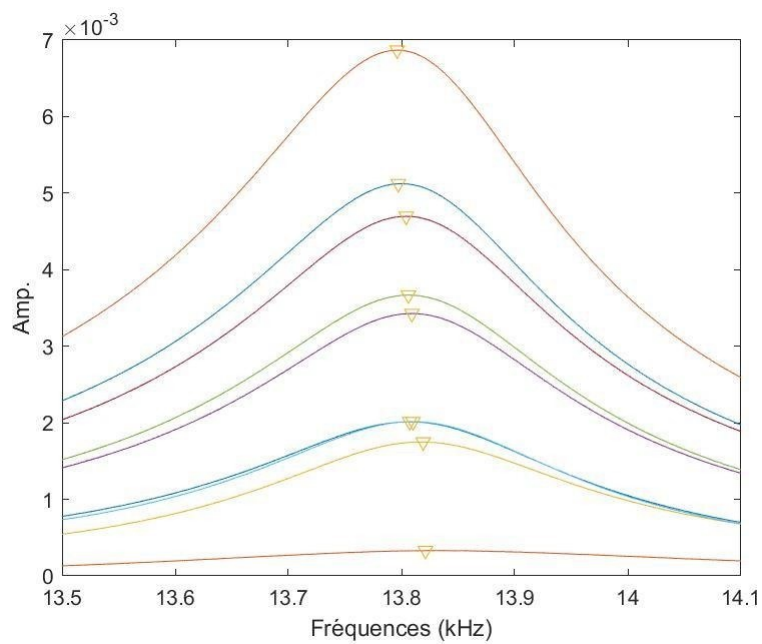


Figure 54 : Résultat NIRAS pour ISA10-1 à 12 semaines.

- **16 semaines : $f_0 = 14039$ Hz**

A l'échéance de 16 semaines, ISA10-1 présente un décalage de fréquence de résonance important. En effet, la figure 55 montre un passage de $f_0 = 14050$ Hz à $f_1 = 14000$ Hz pour l'éprouvette ISA10-1, soit un décalage de 50 Hz.

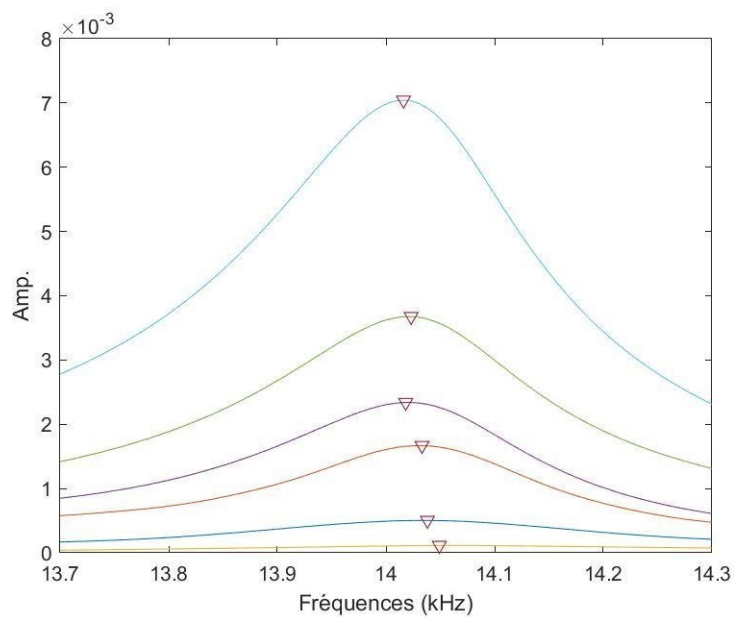


Figure 55 : Résultat NIRAS pour ISA10-1 à 16 semaines.

Contrairement aux résultats de ISA3 et ISA5, la formulation ISA10 montre une diminution de la fréquence de résonance avec le temps, à l'exception de l'éprouvette ISA10-1. De même pour le module d'élasticité dynamique qui suit une diminution avec le temps.

Le tableau 21 récapitule les résultats de ISA10 pour trois éprouvettes :

Échantillons ISA 10%	Temps [semaine]	Fréquence de résonance f_0 [Hz]	E_{dyn} [GPa]
ISA10-1	12	13811	21,8
	16	14039	22,5
	22	14547	24,2
ISA10-2	12	14648	23,7
	16	14178	22,2
	22	13973	21,6
ISA10-3	12	14687	23,9
	16	14219	22,4
	22	14011	21,8

Tableau 21 : Module dynamique et fréquence de résonance de ISA10.

4.4.2.5. REF.

Pour des fins de comparaison du résultat de NIRAS pour les échantillons exposés aux sulfates et pour les témoins, on a étudié leur comportement en suivant la variation de leurs fréquences de résonance et de leur module d'élasticité dynamique à différentes échéances.

- **Éprouvette REF-3 :**
 - **8 semaines : $f_0 = 15397$ Hz**

À l'âge de 8 semaines, REF-3 présente un faible décalage de fréquence passant de $f_0 = 15397$, en faible amplitude, à $f_1 = 15403$ H en plus haute amplitude. La figure 56 montre le résultat de NIRAS pour l'éprouvette REF-3 pour l'échéance de 8 semaines.

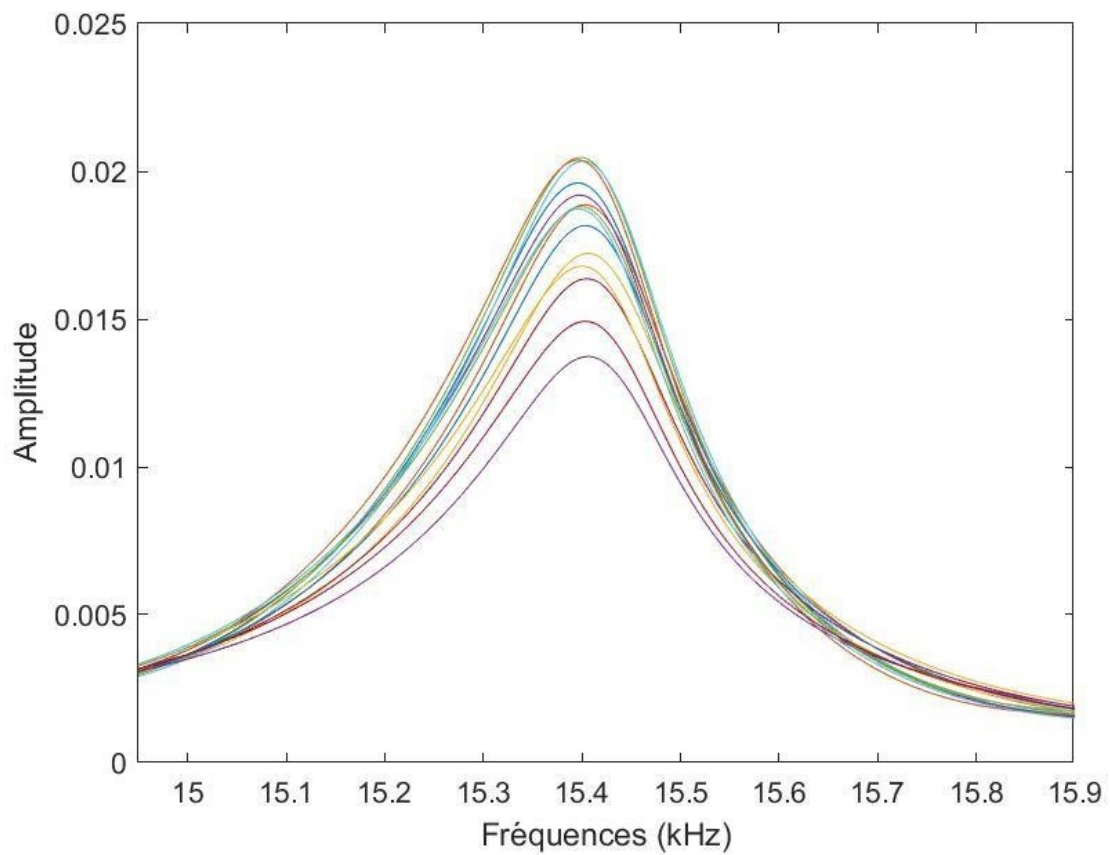


Figure 56 : Résultat NIRAS pour REF-3 à 8 semaines.

- **30 semaines : $f_0 = 15747$ Hz**

La figure 57 montre la variation de l'amplitude en fonction de la fréquence de résonance pour l'éprouvette REF-3 à 30 semaines.

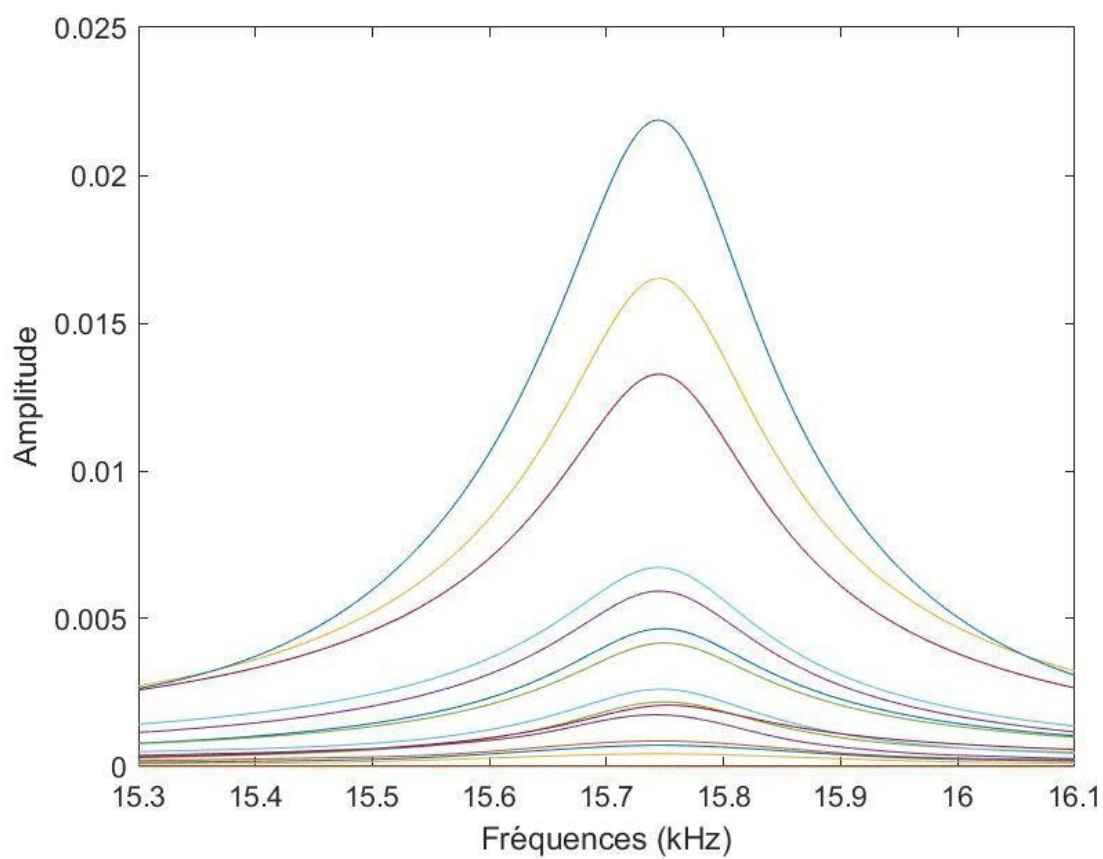


Figure 57 : Résultat NIRAS pour REF-3 à 30 semaines.

Pour les éprouvettes de REF mises en évaluation par NIRAS, on remarque une augmentation de la fréquence de résonance d'une échéance à l'autre, ainsi qu'une absence de décalages fréquentiels sur les éprouvettes REF.

Le tableau 22 récapitule les résultats de calcul du module d'élasticité dynamique et de la fréquence de résonance pour les éprouvettes de REF.

Échantillons REF	Temps [semaine]	Fréquence de résonance f_0 [Hz]	E_{dyn} (GPa)
REF-1	4	14687	25,01
	8	15099	26,4
	16	15373	27,4
	22	15169	26,6
	30	15545	28,02
REF-2	4	15174	26,1
	8	15301	26,5
	16	15581	27,5
	22	15515	27,3
	30	15687	27,9
REF-3	4	15179	26,8
	8	15397	27,6
	16	15586	28,3
	22	15536	28,1
	30	15747	28,9

Tableau 22 : Module dynamique et fréquence de résonance de REF.

4.4.2.6. Comparaison entre les résultats de NIRAS.

Les résultats de NIRAS ont indiqué que les différentes gâchées, à l'exception de la formulation ISA10 présentent une augmentation de la fréquence de résonance avec le temps, avec quelques dispersions des résultats. La comparaison par intervalle de fréquence de résonance permet une classification de la qualité des matériaux. Ainsi, plus la fréquence de résonance d'un matériau est élevée, moins il présente de défauts et sa qualité est considérée comme bonne. L'évolution des fréquences de résonance montrée à la figure 58, permet de classer les cinq gâchées en fonction du degré de détérioration.

La formulation REF présente la meilleure qualité parmi les différentes gâchées comme elle présente la bande de fréquence de résonance la plus élevée. De même, on peut tirer, que l'augmentation du pourcentage en gypse réduit la qualité des éprouvettes ISA.

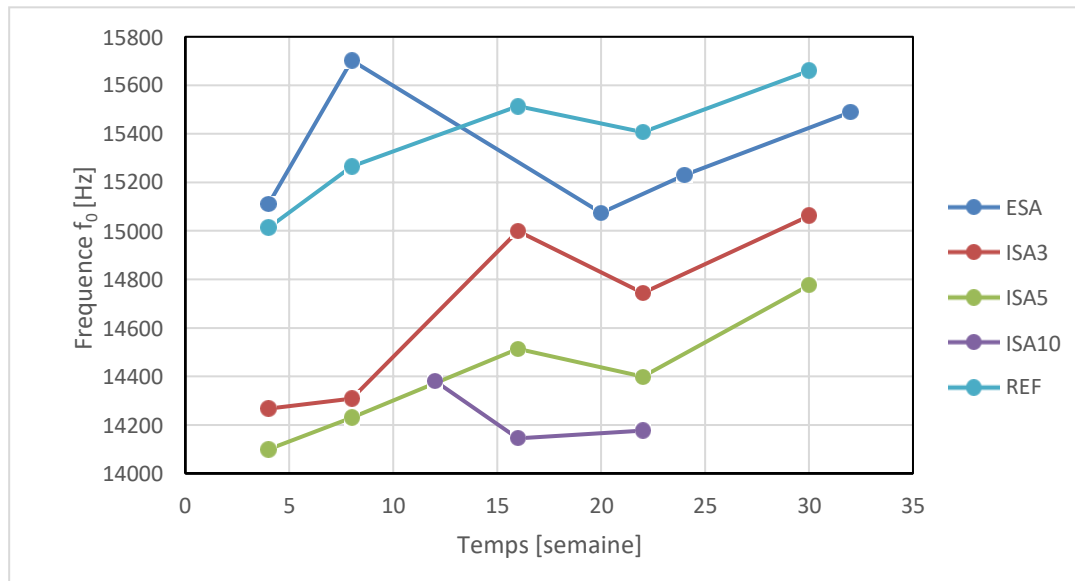


Figure 58 : Fréquence de résonance des différentes formulations (REF, ESA, ISA3, ISA5, ISA10).

La variation du module d'élasticité dynamique a permis d'évaluer la rigidité des différentes formulations et ainsi évaluer leur état de détérioration. Les éprouvettes REF ont montré un comportement plus rigide par rapport aux autres (figure 59). En effet, le module d'élasticité dynamique des REF a montré une courbe croissance jusqu'à sa valeur maximale de 28 GPa à 30 semaines.

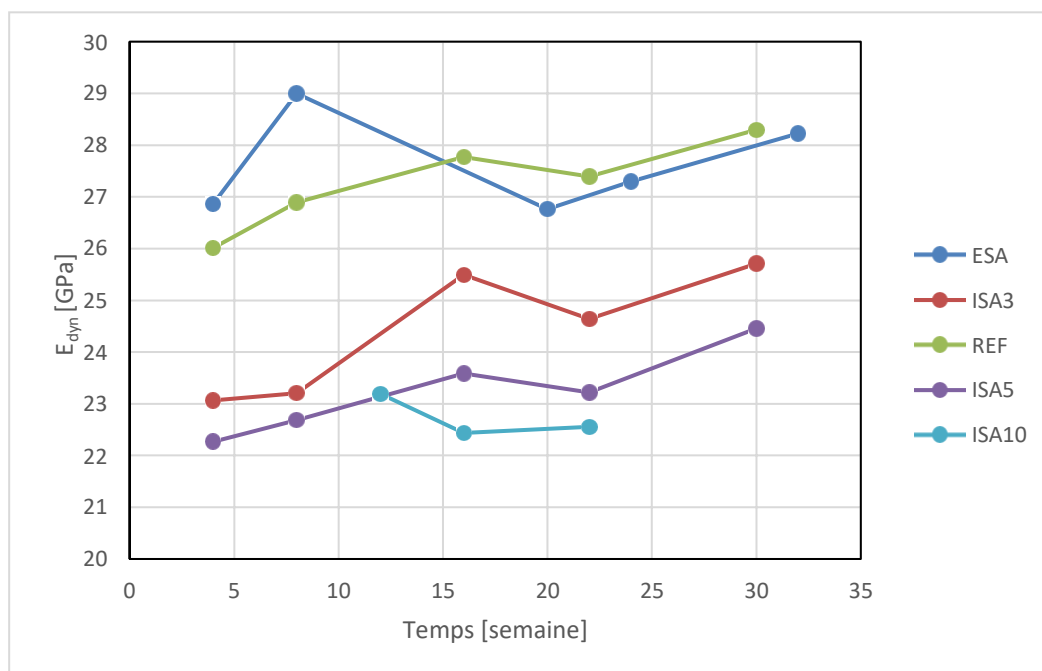


Figure 59 : Module dynamique pour les différentes formulations (REF, ESA, ISA3, ISA5, ISA10).

Les travaux de (Faucon, 2019), portant sur l'utilisation de la technique de NIRAS pour quantifier l'endommagement par ESA, ont rapporté l'existence d'un décalage de fréquence sur les éprouvettes soumises à ESA. Cependant, la fréquence de résonance a continué à augmenter avec le temps comme nos résultats l'ont indiqué. En effet, cette augmentation est expliquée par la période de l'hydratation du ciment et ainsi le durcissement de la pâte cimentaire.

Dans notre cas, à l'aide des techniques de NIRAS effectuées sur les différentes formulations (REF, ESA et ISA), on remarque l'absence des décalages fréquentiels importants sur les échantillons endommagés ce qui donne un coefficient de non-linéarité presque nul. Cette absence, du décalage fréquentiel, contredit bien le concept d'endommagement des échantillons attaqués aux sulfates où la fréquence de résonance diminue avec la croissance de l'impact. Cela peut être expliqué par :

- Effet d'humidité : peut-être le responsable de cette absence de décalage fréquentiel. Pour cela, on a gardé les spécimens quelques jours dans la température du laboratoire pour pouvoir diminuer le taux d'humidité.
- Formation d'ettringite : l'ettringite se forme dans les espaces capillaires des spécimens. Cette formation génère la fermeture des microfissures. Des procédures d'ouverture de ces microfissures par choc thermique pouvaient être une solution. Toutefois, les travaux de (Faucon,

2019) ont mis le point sur l'influence du choc thermique pour l'ouverture des microfissures, ainsi augmenter l'état de non-linéarité de l'échantillon.

- La technique de l'essai : qui exige l'augmentation de l'amplitude avec l'avancement croissant des impacts ; pourrait être le responsable de l'absence de décalage de fréquence. En effet, cette croissance est difficile à réaliser comme notre impact est manuel. Pour cette raison, on a essayé de monter un pendule semblant à celui réalisé par (Rashidi et Paul, 2015) où la croissance de l'amplitude d'impact est garantie par l'augmentation de l'angle entre la position de l'équilibre vertical du pendule et celle de la bille d'impact. Toutefois, vu la petite dimension (125mm x 50mm) de nos échantillons testés en NIRAS, le bras du pendule génère des effets de rebondissement sur l'échantillon ce qui influence sur les résultats.

De même, avec la méthode classique utilisée en NIRAS, le signal est souvent saturé en atteignant une certaine amplitude de voltage 10V causé par la dimension de l'échantillon qui ne supporte pas d'impact au-delà de cette amplitude : l'impact qu'on lui donne ne peut pas ouvrir les microfissures ce qui ramène à la saturation du signal.

D'autres paramètres peuvent être utilisés pour quantifier l'endommagement par sulfate avec la technique NIRAS : le facteur de qualité des courbes de résonance et l'intervalle de la bande passante de fréquence. Plus la fréquence de résonance au pic est faible, plus l'échantillon est endommagé et plus que son coefficient de la non-linéarité est élevé. En effet, si la fréquence correspondante à l'amplitude au pic est élevée, alors que le temps de propagation des ondes d'impact captées par le capteur piézoélectrique est élevé ; c'est un signe de la présence de microfissures.

4.5. Analyse microstructurale

Dans cette partie nous présentons les résultats des analyses microstructurales (MEB et DRX). Nous anticipons une présence élevée d'aiguilles d'ettringite dans les deux cas d'attaque au sulfate et ainsi que peu d'ettringite dans le cas des échantillons de référence. Dans le cas d'une détérioration par attaque sulfatique externe, les résultats de l'analyse par DRX vont montrer la présence d'ettringite par un pic au début du diffractogramme. Cependant, pour les formulations ISA, des pics de gypse sont attendus.

4.5.1. DRX.

- ESA

La figure 60 présente une combinaison des courbes résultante de DRX, de l'ESA avec son échantillon de référence correspondant. On remarque un pic d'ettringite plus élevée pour l'échantillon d'exposition par ESA, dans le diffractogramme.

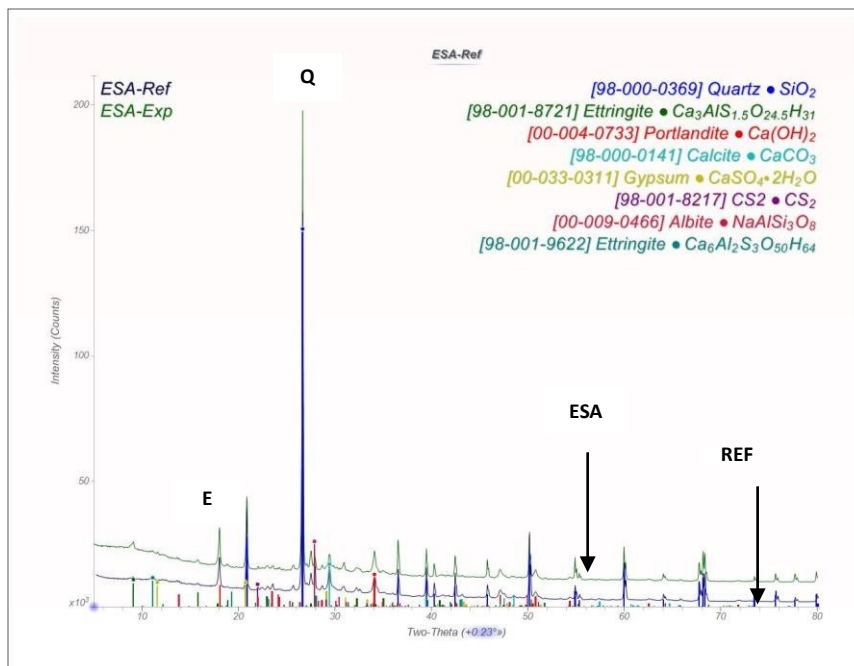


Figure 60 : Diffractogramme de ESA et REF.

- ISA3

Les résultats de DRX sur les échantillons détériorés par attaque sulfatique interne indiquent la présence des pics d'ettringite et de gypse dans leurs diffractogrammes (figure 61). Le diffractogramme montre l'apparition d'un pic d'ettringite pour la poudre du spécimen de type ISA 3%. On remarque aussi une forte présence du Quartz et du portlandite.

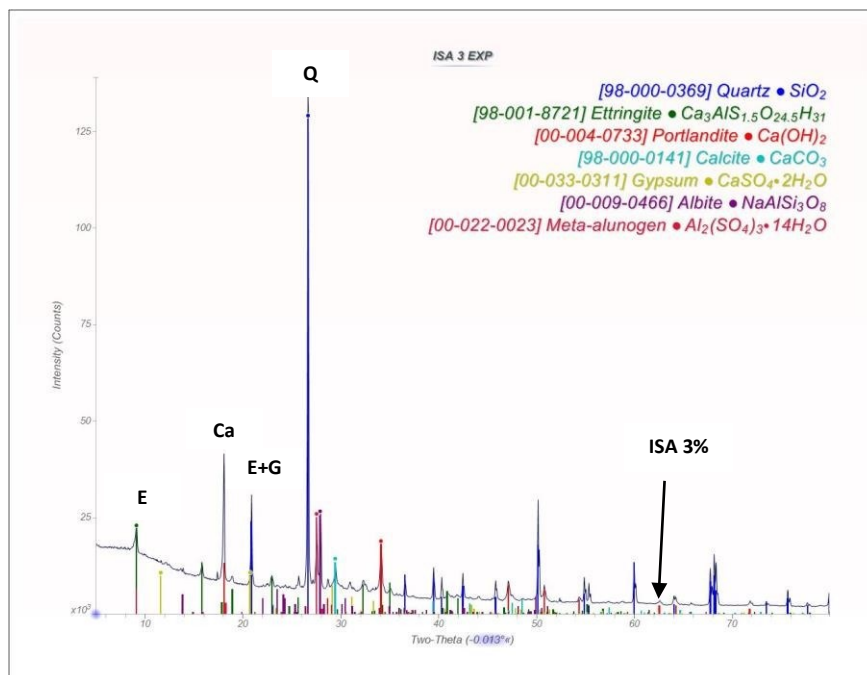


Figure 61 : Diffractogramme de ISA3.

- **ISA5**

La figure 62 montre la présence des pics d'ettringite et de gypse. La combinaison de diffractogrammes de la poudre de type ISA 5% avec son spécimen témoin montre la présence des traces d'ettringite et de gypse dans le premier. Les pics d'ettringite et de gypse sont moins importants dans l'échantillon de référence.

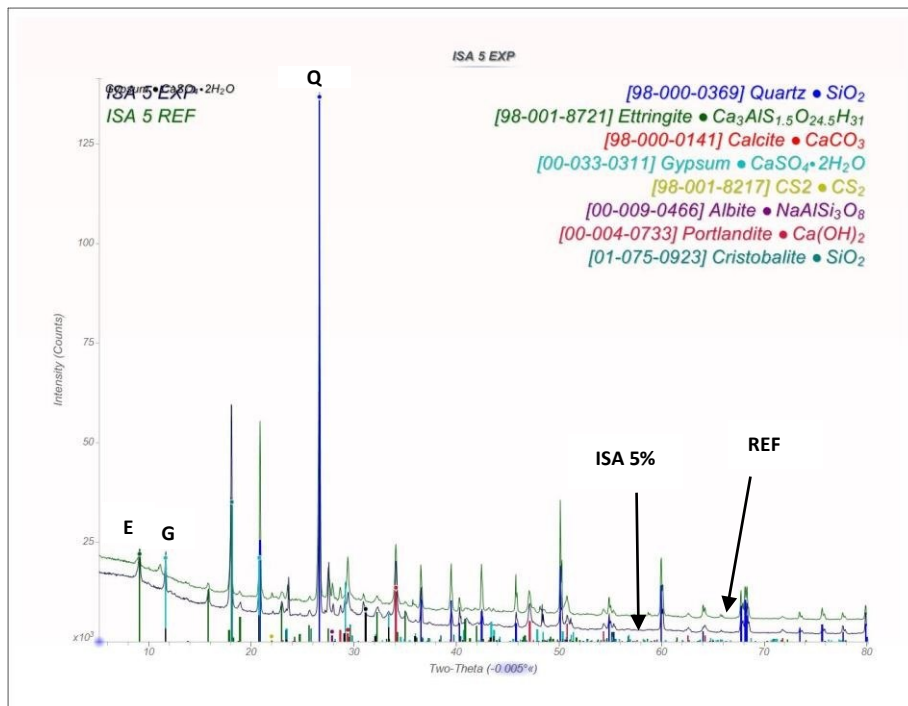


Figure 62 : Diffractogramme de ISA5 et REF.

- **ISA10.**

Le diffractogramme de la figure 63 montre la présence des pics importants de gypse et d'ettringite dans un échantillon de type ISA10. On remarque aussi la présence de cristobalite. La comparaison entre la poudre de type ISA10 et celle de référence confirme une présence plus élevée des pics d'ettringite et de gypse.

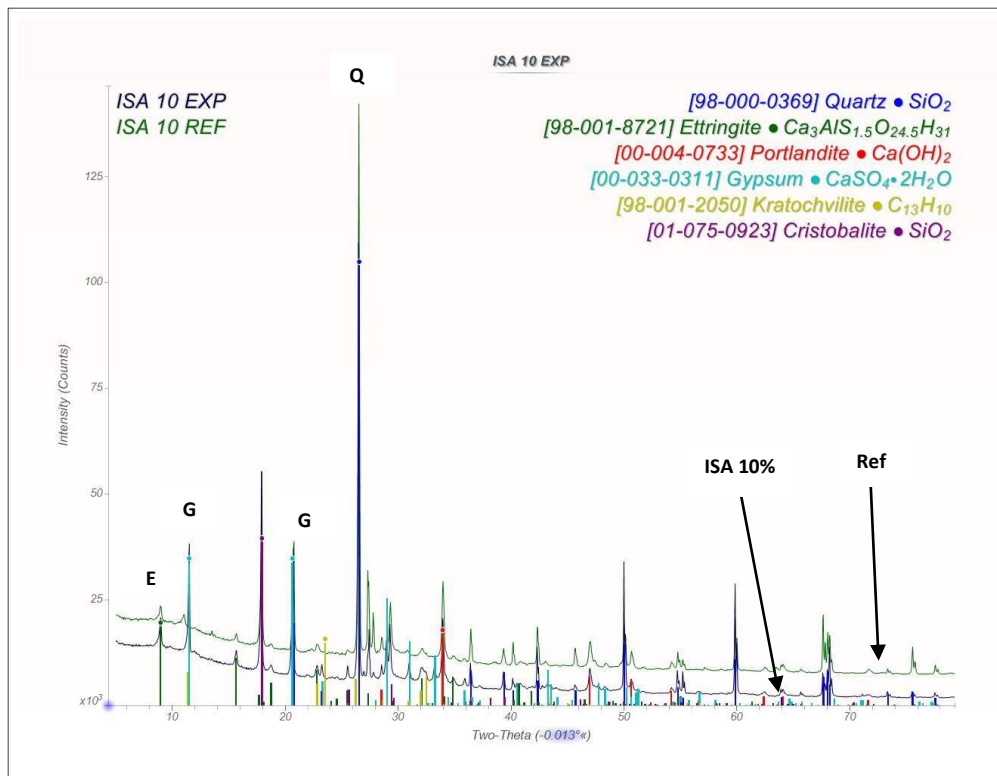


Figure 63 : Diffractogramme de REF et ISA10.

- **Comparaison entre les différentes gâchées.**

La comparaison entre les trois formulations de ISA, confirme le résultat des essais mécaniques et non destructifs. En effet, le diffractogramme de la figure 64 montre que la formulation ISA10 présente le pic le plus important en gypse et en ettringite.

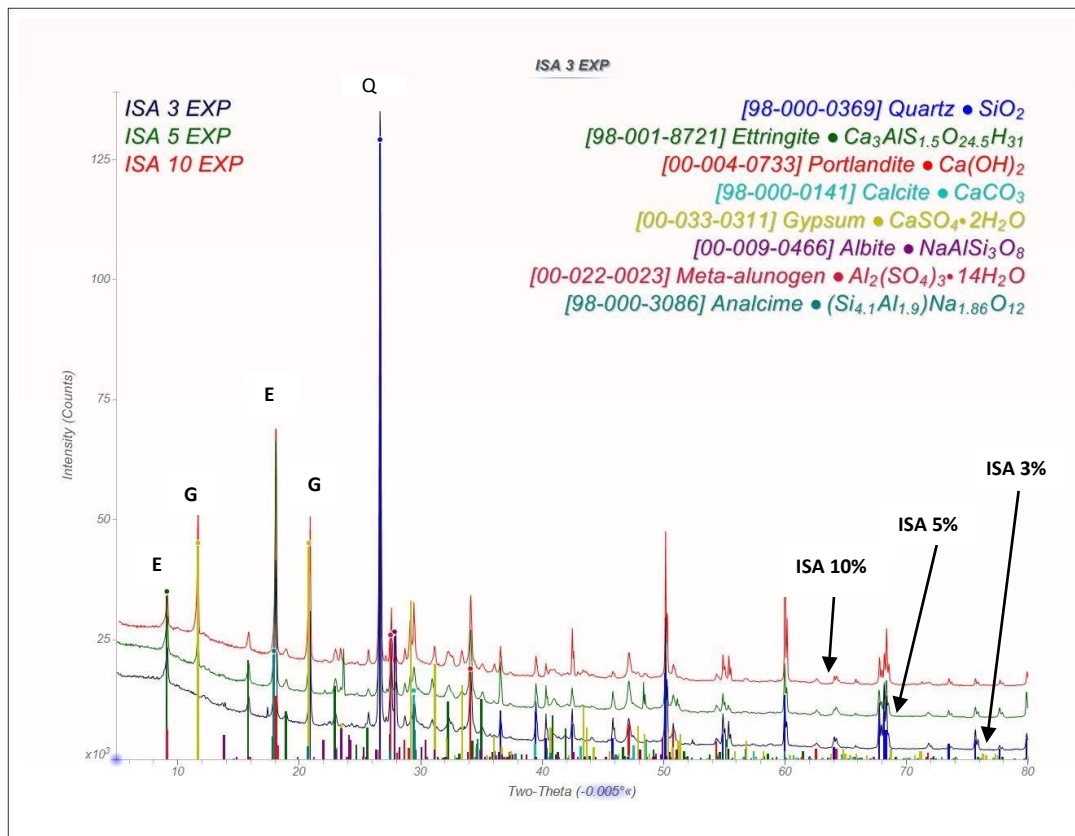


Figure 64 : Diffractogramme des trois gâchées (ISA3, ISA5, ISA10).

4.5.2. Microscopie électronique à balayage.

- ESA.

Les deux images de la figure 65 illustrent les résultats de l'analyse par microscopie électronique à balayage (MEB) pour un spécimen de mortier à base de sédiments, exposé aux sulfates pour une période de 30 semaines. On y retrouve une forte présence d'ettringite sous forme d'aiguilles.

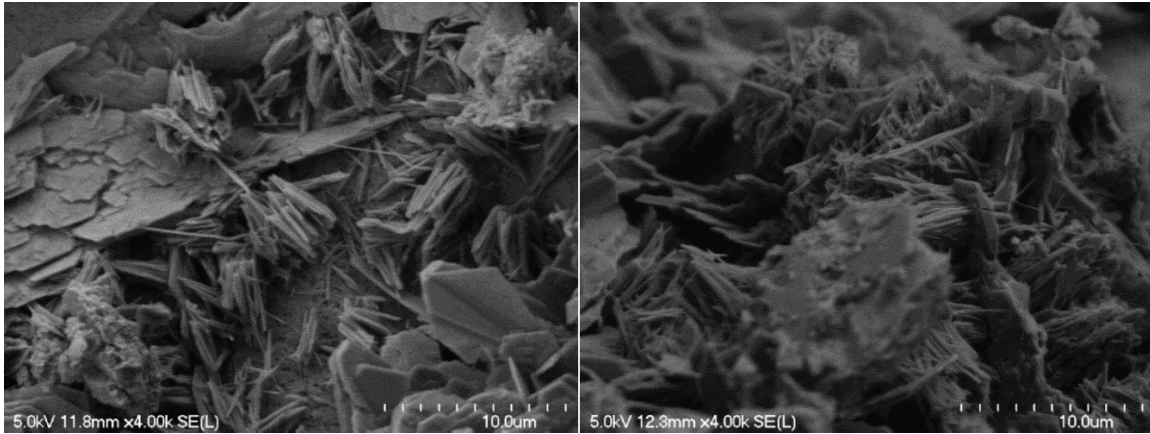


Figure 65 : MEB sur ESA.

- **ISA.**

Les figures (66, 76 et 68) montrent des images prises sur différentes portions de spécimens représentant les trois types d'ISA. On remarque que plus on augmente la proportion de gypse dans la formulation, plus la quantité d'ettringite croît. Ainsi, les échantillons de type ISA 3% montrent moins d'aiguilles d'ettringite par rapport aux deux autres types de formulation.

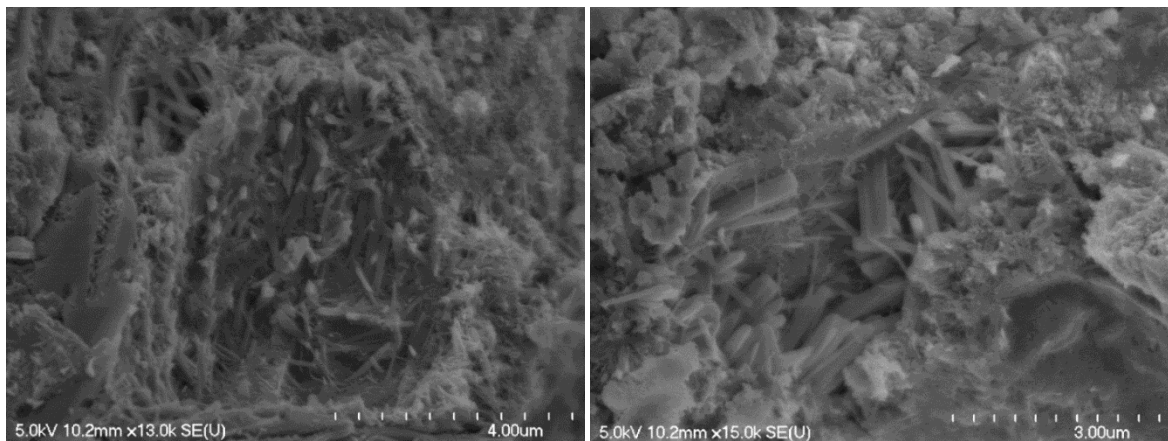


Figure 66: MEB sur ISA3.

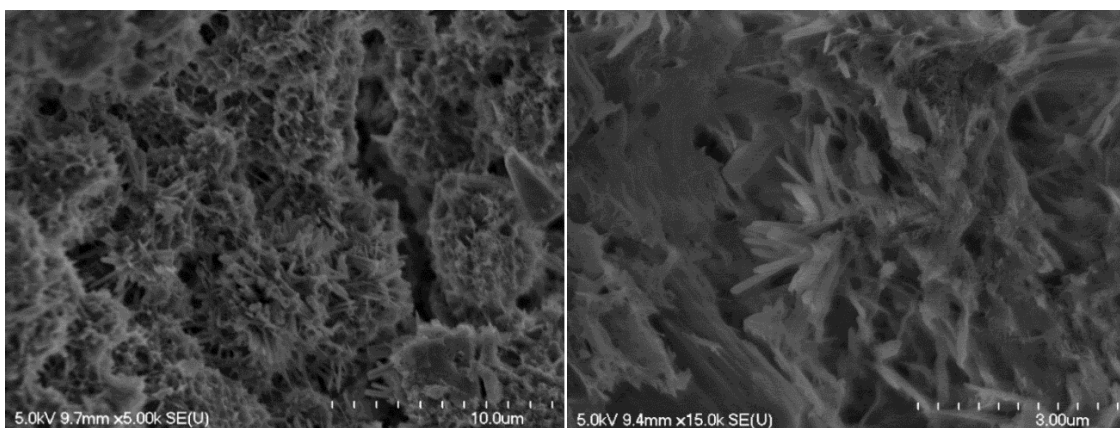


Figure 67 : MEB sur ISA5.

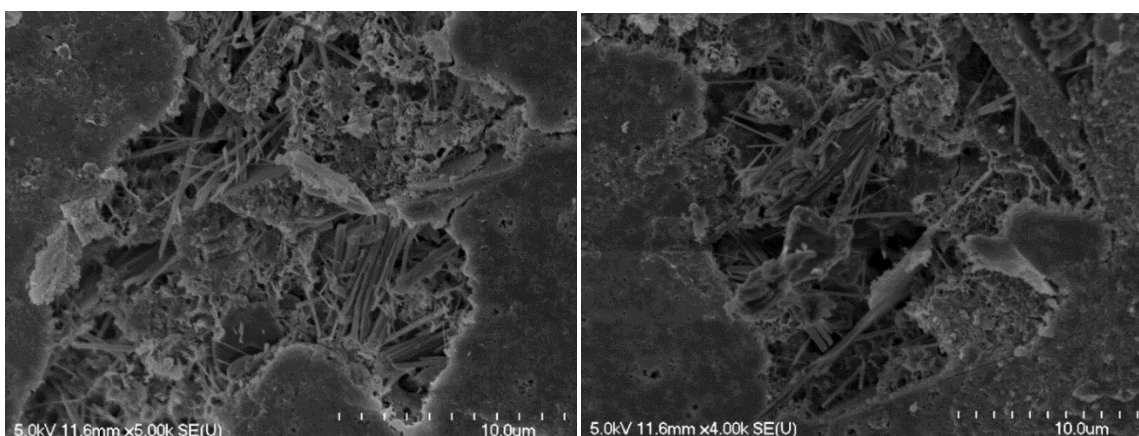


Figure 68 : MEB sur ISA10.

- **REF**

Pour des fins de comparaison avec les échantillons détériorés, une portion des échantillons de référence a été analysée par le MEB. La figure 69 montre une présence limitée d'aiguilles d'ettringite.

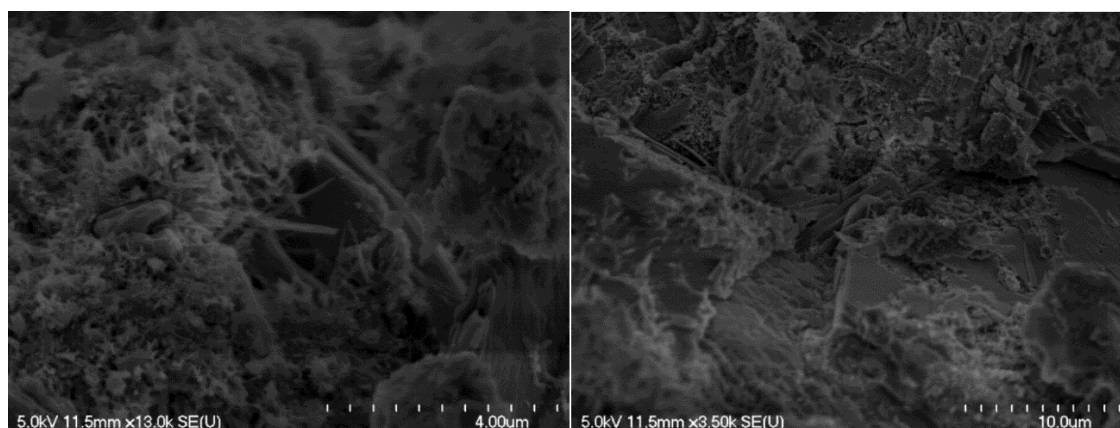


Figure 69 : MEB sur REF.

CONCLUSION

Ce projet avait comme objectif de développer un protocole d'essais en laboratoire permettant d'étudier l'influence des sulfates (internes et externes) sur la durabilité des mélanges de sédiments cimentés. Une évaluation de la performance des mélanges a été réalisée selon quatre façons : 1) une mesure de l'expansion des échantillons et de la variation de la masse. 2) une caractérisation des résistances mécaniques (compression et traction). 3) des essais non destructifs (vitesse ultrasonore et acoustique non linéaire). 4) des analyses microstructurales par (MEB et DRX).

Ce travail nous a permis d'évaluer l'influence des attaques sulfatiques par l'élaboration d'un protocole d'essais adapté reproduisant les conditions d'exposition *In-situ*. En effet, les différentes gâchées fabriquées ont été directement soumises aux sulfates, après une courte durée de mûrissement de 24 heures. C'est le cas des conditions d'exposition des structures de béton dans des milieux riches en sulfates où elles sont directement attaquées par cette substance agressive. Aussi, on a procédé à des cycles de mouillage/séchage afin d'accélérer la dégradation et aussi mieux représenter des conditions réelles d'expositions.

Pour les résultats de mesure de l'expansion, les gâchées ESA ont montré une expansion de 0.35% à 28 semaines. Les gâchées ISA ont indiqué une faible expansion comparativement avec ESA. En effet, ISA10 a montré l'expansion la plus élevée parmi les ISA, de 0.05% à 26 semaines. C'est bien l'impact d'ajout de gypse qui augmente l'expansion des barres de mortier de ciment étudiées.

Pour ESA, des indices d'endommagement visuel sont des fissures apparentes indiquant le début de gonflement des échantillons suite au développement de l'ettringite. Cependant pour les trois formulations de types ISA, il n'avait aucun signe visuel d'endommagement.

La mesure des vitesses ultrasonores a permis de classer la qualité des différentes gâchées, comme étant bonne selon les critères usuels. L'évaluation par la technique NIRAS a permis de détecter un faible décalage fréquentiel pour les ESA. Cependant, pour les gâchées ISA, il n'avait pas de décalage de fréquence de résonance. Cet essai a permis une évaluation du module d'élasticité dynamique des éprouvettes ainsi que leurs fréquences de résonance.

À court terme l'attaque au sulfate se caractérise par des réactions chimiques entre les composants du ciment et les ions SO_4^{2-} ; ce qui se manifeste par la formation d'ettringite qui cherche à se former dans les vides capillaires. Nos protocoles d'exposition aux sulfates sont considérés à court terme comme ils ont une durée de 6 mois. C'est la raison pour laquelle on n'a pas observé des décalages fréquents

importants. C'est le cas des résultats de (Kodjo, 2008), qui a étudié la RAS à l'aide d'acoustique non linéaire. Il a rapporté que le gel de silice formé lors de la réaction alcalis-silice pourrait être le responsable de cette absence de shift.

L'écart observé entre les résultats des différents essais sur ESA et ISA, a montré que ces derniers ne présentent pas des signes visuels de détérioration. Ces résultats sont logiques en raison de la différence entre les deux cations (sulfate de sodium pour ESA et sulfate de calcium pour ISA). Des travaux de recherche ont rapporté que plus que la solubilité du cation associé au sulfate est élevée, plus son degré de détérioration sur les matériaux cimentaires est important. Le sulfate de sodium a une solubilité plus élevée par rapport à celle de gypse.

La résistance moyenne à la compression de ESA a montré une diminution avec le temps. Elle a passé de 52 MPa (12 semaines) à 41 MPa (28 semaines). Les gâchées ISA ont aussi montré une diminution, encore plus marquée en fonction de l'augmentation de la teneur en gypse.

L'analyse au MEB a permis de montrer la présence des aiguilles d'ettringite dans chaque gâchée, et les diffractogrammes de la DRX ont confirmé cette présence par les pics d'ettringite après 30 semaines d'expositions aux sulfates. La formation d'ettringite est donc responsable du gonflement des mélanges. Ces pics et aiguilles d'ettringite détectés aux MEB et DRX étaient moins importants au début d'exposition aux ISA et ESA (12 premières semaines).

Il est important aussi de rappeler l'influence des modes de mûrissement défini dans les protocoles d'exposition. En effet, pour les échantillons de type REF, ils ont subi un mûrissement dans une chambre humide ; cependant pour les ISA, le mûrissement était dans l'eau durant toute la durée de durcissement. Normalement, un mûrissement dans l'eau indique une meilleure résistance mécanique et diminue les effets de retrait endogène.

En pratique, l'attaque sulfatique interne sur le béton est évaluée par deux façons : soit par étude de l'influence de la formation de l'ettringite secondaire par ajout d'une source de sulfate dans la gâchée de béton identique à la forme de ISA qu'on a étudié. D'autres travaux étudient l'ISA par échauffement à jeune âge du béton et ainsi provoquant une déstabilisation de l'ettringite primaire, ce qui engendre la formation tardive des nouveaux cristaux d'ettringite (DEF), qui sont expansifs pour le béton, lorsque la température diminue. Les résultats d'étude de ISA par le prototype DEF montrent des pertes de résistances mécaniques importantes (75%), des expansions qui peuvent atteindre 1% de l'allongement initial et ainsi un gain de masse de 5% (Yasser Amine, 2016; Barbarulo, 2002). Ce projet a apporté donc une évaluation de ISA par étude de l'influence de la formation de l'ettringite secondaire.

En bref, on a pu élaborer un protocole pour ISA et ESA, qui a permis une évaluation de l'effet des deux types d'attaques sur les mélanges sédiments-ciment. Les protocoles développés reposent essentiellement sur des conditions sévères d'expositions aux sulfates pour accélérer le processus de dégradation, avec quelques approches similaires aux conditions réelles. C'est ce qui répond à l'objectif global de cette étude. Le comportement global des gâchées ISA, on peut fixer la limite de 5% en gypse à partir du quelle l'ajout au mélange devient nuisible. C'est ce qui a été visualisé dans les résultats de ISA10 montrant une forte expansion par rapport à ISA3 et ISA5. Le comportement de ESA montre une faible résistance aux sulfates expliquée par l'effet de la sévérité des sulfates de sodium due à leur importante solubilité.

À la lumière de ce travail et pour une perspective de travaux futurs, l'étude de l'attaque aux sulfates demande une période d'exposition plus longue pour mieux suivre le comportement avec le temps. C'est la situation où les aiguilles d'ettringite commencent à exercer des contraintes sur la pâte cimentaire pour diminuer sa cohésion et former des fissures.

Il serait aussi pertinent d'étudier ESA et ISA par l'utilisation de la même source de sulfate ayant une solubilité élevée, pour chacune des formulations. C'est ce qui n'a pas été abordé lors de cette étude par l'utilisation d'une source de gypse pour ISA et le sulfate de sodium pour ESA.

La plupart de bétons utilisés en génie civil comportent des ajouts cimentaires. Il est important de rappeler que nos résultats ont été obtenus pour un mortier de ciment sans ajouts cimentaires, ni d'adjuvants. Il est donc pertinent d'initier une étude de durabilité des sédiments cimentés avec des ajouts cimentaires tels que : cendres volantes, fumée de silice et le laitier de haut-fourneau pour évaluer leurs comportements.

RÉFÉRENCES

- ACHOUR, R. (2013). VALORISATION ET CARACTÉRISATION DE LA DURABILITÉ D'UN MATERIAU ROUTIER ET D'UN BÉTON A BASE DE SÉDIMENTS DE DRAGAGE. UNIVERSITÉ DE SHERBROOKE.
- AGOSTINI, F. (2006). INERTAGE ET VALORISATION DES SÉDIMENTS DE DRAGAGE MARINS.
- AMIN, M. M., JAMALUDIN, S. B. ET CHUEN, K. K. (2007). EFFECTS OF MAGNESIUM SULFATE ATTACK ON ORDINARY PORTLAND CEMENT (OPC) MORTARS. REPÉRÉ 15 JUIN 2019, À [HTTP://PEACTA.ORG/ARTICLES_UPLOAD/PEA_26_2_235_242.PDF](http://PEACTA.ORG/ARTICLES_UPLOAD/PEA_26_2_235_242.PDF)
- AMINE, YASSER. (2016). ÉTUDE EXPÉRIMENTALE DE LA REACTION SULFATIQUE INTERNE DANS LES BÉTONS : MISE EN EVIDENCE DES EFFETS D'ADDITIONS MINÉRALES ET DE L'ENDOMMAGEMENT MÉCANIQUE.
- AMINE, YASSER, LEKLOU, N., AMIRI, O. ET CHERIF, R. (2015). ÉTUDE DE L'INFLUENCE DES ADDITIONS MINÉRALES SUR LA RÉACTION SULFATIQUE INTERNE DANS LES MATERIAUX CIMENTAIRES. DANS RENCONTRES UNIVERSITAIRES DE GENIE CIVIL. BAYONNE, FRANCE. REPÉRÉ A [HTTPS://HAL.ARCHIVES-OUVERTES.FR/HAL-01167683](https://HAL.ARCHIVES-OUVERTES.FR/HAL-01167683)
- AZIEZ, M. N. (2017). ATTAQUES SULFATIQUES EXTERNES DES MATERIAUX CIMENTAIRES : INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE. REPERE 30 MAI 2019, A [HTTP://DSpace.UNIV-TLEMCEN.DZ/BITSTREAM/112/12425/1/DOCT.GC.AZIEZ.PDF](http://DSpace.UNIV-TLEMCEN.DZ/BITSTREAM/112/12425/1/DOCT.GC.AZIEZ.PDF)
- BARBARULO, R. (2002). COMPORTEMENT DES MATÉRIAUX CIMENTAIRES : ACTIONS DES SULFATES ET DE LA TEMPÉRATURE - PDF. REPERE 22 MAI 2019, A [HTTPS://DOCPLAYER.FR/28647232-COMPORTEMENT-DES-MATERIAUX-CIMENTAIRES-ACTIONS-DES-SULFATES-ET-DE-LA-TEMPERATURE.HTML](https://DOCPLAYER.FR/28647232-COMPORTEMENT-DES-MATERIAUX-CIMENTAIRES-ACTIONS-DES-SULFATES-ET-DE-LA-TEMPERATURE.HTML)
- BEAUCHAMP, J. (2013). COURS DE SÉDIMENTOLOGIE - CHAPITRE 2. REPERE 8 JUIN 2019, A [HTTPS://WWW.U-PICARDIE.FR/BEAUCHAMP/COURS-SED/SED-2.HTM](https://WWW.U-PICARDIE.FR/BEAUCHAMP/COURS-SED/SED-2.HTM)
- BERNARD, B. (2017). INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE DE CURE SUR LA FORMATION D'ETTRINGITE DIFFÉRÉE DANS LES BÉTONS. REPÉRÉ A [HTTPS://CORE.AC.UK/DOWNLOAD/PDF/79874489.PDF](https://CORE.AC.UK/DOWNLOAD/PDF/79874489.PDF)
- BOUDREAU, J.-P. ET DUBÉ, J.-S. (2015). STRATÉGIE DE VALORISATION DES SOLS ET SÉDIMENTS CONTAMINÉS SUIVANT LE TRAITEMENT PAR STABILISATION ET SOLIDIFICATION SECTEUR BEAUPORT, PORT DE QUÉBEC (QUÉBEC).
- BOUDREAU, J.-P., MWAMBA, J.-C., HARDY, É., D'AMOURS, L., KOUADIO, S., BRASSARD, H. ET DUBE, J.-S. (2014). OPTIMISATION DE LA CONCEPTION DES CHAUSSÉES PORTUAIRES PAR UNE APPROCHE DE TRAITEMENT PAR STABILISATION ET SOLIDIFICATION.
- BOUTOUIL, M. ET SAUSSAYE, L. (2011). INFLUENCE DE L'AJOUT D'UN CORRECTEUR GRANULOMÉTRIQUE SUR LES PROPRIÉTÉS DES SÉDIMENTS TRAITÉS AUX LIANTS HYDRAULIQUES.
- BROUSSEAU, Y., DUBE, J.-S. ET HARDY, É. (2009). LA SOLIDIFICATION/STABILISATION AU CIMENT : UN NOUVEL OUTIL POUR UNE GESTION DURABLE DES SOLS CONTAMINÉS.
- BROWN, P. W. (1981). AN EVALUATION OF THE SULFATE RESISTANCE OF CEMENTS IN A CONTROLLED ENVIRONMENT. CEMENT AND CONCRETE RESEARCH, 11(5), 719-727. DOI:10.1016/0008-8846(81)90030-2
- CLIFTON, J. R., FROHNDORFF, G. ET FERRARIS, C. (1998). STANDARD FOR EVALUATING THE SUSCEPTIBILITY OF CEMENT-BASED MATERIALS TO EXTERNAL SULFATE ATTACK. REPÉRÉ 14 JUIN 2019, À [HTTPS://WS680.NIST.GOV/PUBLICATION/GET_PDF.CFM?PUB_ID=860169](https://WS680.NIST.GOV/PUBLICATION/GET_PDF.CFM?PUB_ID=860169)
- COLLEPARDI, M. (S.D.). ETTRINGITE FORMATION AND SULFATE ATTACK ON CONCRETE.
- COUVIDAT, J. (2015). GESTION D'UN SÉDIMENT DE DRAGAGE MARIN CONTAMINÉ : CARACTÉRISATION DE LA RÉACTIVITÉ BIOGÉOCHIMIQUE, VALORISATION EN MORTIER ET ÉVALUATION ENVIRONNEMENTALE.
- DUGGAN, C. ET SCOTT, J. (1986). POTENTIAL NEW TEST FOR ALKALI-AGGREGATE REACTIVITY. REPÉRÉ 28 MAI 2019, À [HTTP://PUBLICATIONS.IOWA.GOV/16922/1/IADOT_MLR9708_EVAL_DUGGAN_CONC_DIFF_CMNTS_2000.PDF](http://PUBLICATIONS.IOWA.GOV/16922/1/IADOT_MLR9708_EVAL_DUGGAN_CONC_DIFF_CMNTS_2000.PDF)

EDWARD, G. N. (1997). CONCRETE CONSTRUCTION ENGINEERING HANDBOOK.

EL HACHEM IBRAHIM, R., ROZIÈRE, E., GRONDIN, F. ET LOUKILI, A. (2018). INFLUENCE OF SULPHATE SOLUTION CONCENTRATION ON THE PERFORMANCE OF CEMENTITIOUS MATERIALS DURING EXTERNAL SULPHATE ATTACK. DANS CONCRETE IN AGGRESSIVE AQUEOUS ENVIRONMENTS - PERFORMANCE, TESTING AND MODELLING. TOULOUSE, FRANCE. REPÉRÉ À [HTTPS://HAL.ARCHIVES-OUVERTES.FR/HAL-01008333](https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-01008333)

FAUCON, S. (2019). MÉTHODES ACOUSTIQUES NON LINÉAIRES POUR LA CARACTÉRISATION DE L'ENDOMMAGEMENT MULTIPLE (RAS, SULFATE, THERMIQUE) DES BÉTONS. UNIVERSITÉ DE SHERBROOKE.

FOUCHER, J. (2005). VALORISATION DES DÉBLAIS SABLEUX DE DRAGAGE PORTUAIRE EN FRANCE MÉTROPOLITAINE. REPERE 12 JUIN 2019, A [HTTPS://WWZ.IFREMER.FR/GM/CONTENT/DOWNLOAD/88460/FILE/2005_06_RAPFOUCHER.PDF](https://wwz.ifremer.fr/gm/content/download/88460/file/2005_06_RAPFOUCHER.PDF)

GAGNE, R. (2018). GCI714 - DURABILITÉ ET RÉPARATION DU BÉTON.

GAMSONRE, C. (2014). GESTION TERRESTRE DES SÉDIMENTS DE DRAGAGE ET PROCESSUS BIOPHYSICOCHIMIQUES IMPLIQUÉS. REPÉRÉ 8 JUIN 2019, À [HTTPS://ARCHIPEL.UQAM.CA/6547/1/D2662.PDF](https://archipel.uqam.ca/6547/1/D2662.PDF)

GENOVES, V. ET SORIANO, L. (2015). PRELIMINARY STUDY ON SHORT-TERM SULPHATE ATTACK EVALUATION BY NON-LINEAR IMPACT RESONANCE ACOUSTIC SPECTROSCOPY TECHNIQUE.

GODART, B. ET DIVET, L. (2009). MÉCANISME DE LA RÉACTION SULFATIQUE INTERNE. TECHNIQUES DE L'INGENIEUR. REPERE 22 MAI 2019, A [HTTPS://WWW.TECHNIQUES-INGENIEUR.FR/BASE-DOCUMENTAIRE/CONSTRUCTION-ET-TRAVAUX-PUBLICS-TH3/PATHOLOGIE-GENERALE-PATHOLOGIE-DU-BETON-42240210/REACTION-SULFATIQUE-INTERNE-DANS-LES-STRUCTURES-EN-BETON-C2254/MECANISME-DE-LA-REACTION-SULFATIQUE-INTERNE-C2254NIV10001.HTML](https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/construction-et-travaux-publics-th3/pathologie-generale-pathologie-du-beton-42240210/reaction-sulfatique-interne-dans-les-structures-en-beton-c2254/mechanisme-de-la-reaction-sulfatique-interne-c2254niv10001.html)

HANSEN, W. C. (1966). ATTACK ON PORTLAND CEMENT CONCRETE BY ALKALI SOIL AND WATER - A CRITICAL REVIEW. HIGHWAY RESEARCH RECORD, 113(113), 1-32.

HARTELL, J. A. (2008). SODIUM SULPHATE ATTACK ON CONCRETE: EFFECT ON MECHANICAL PROPERTIES.

HARTELL, J. A. (2014). INVESTIGATING VARIOUS TEST METHODS FOR ASSESSING THE EFFECT OF SULPHATE ATTACK ON CONCRETE PROPERTIES.

HAYET, A., DERAM, A. ET BOHAIN, D. (2017). CONTEXTE ET CADRE RÉGLEMENTAIRE DE LA GESTION DES SÉDIMENTS DE DRAGAGE. REPERE 9 JUIN 2019, A [HTTPS://WWW.RECORD-NET.ORG/STORAGE/ETUDES/14-1023-1B/RAPPORT/RAPPORT_RECORD14-1023_1B.PDF](https://www.record-net.org/storage/etudes/14-1023-1B/RAPPORT/RAPPORT_RECORD14-1023_1B.PDF)

HODHOD, O. A. ET SALAMA, G. (2013). SIMULATION OF EXPANSION IN CEMENT BASED MATERIALS SUBJECTED TO EXTERNAL SULFATE ATTACK.

IRASSAR, E. F. ET GONZALEZ, M. A. (1997). ETTRINGITE FORMATION IN LOW C3A PORTLAND CEMENT EXPOSED TO SODIUM SULFATE SOLUTION.

ITRC. (2011). DEVELOPMENT OF PERFORMANCE SPECIFICATIONS FOR SOLIDIFICATION/STABILIZATION. REPERE A [HTTPS://WWW.ITRCWEB.ORG/GUIDANCEDOCUMENTS/SOLIDIFICATION_STABILIZATION/SS-1.PDF](https://www.itrcweb.org/guidancedocuments/solidification_stabilization/ss-1.pdf)

ITRC. (2012). APERÇU DE LA NOUVELLE ORIENTATION DE L'ITRC SUR LES NORMES DE RENDEMENT DE LA SOLIDIFICATION / STABILISATION. REPÉRÉ À [HTTP://WWW.RPIC-IBIC.CA/DOCUMENTS/2012_FCS_PRESENTATIONS/GEARY_F.PDF](http://www.rpic-ibic.ca/documents/2012_FCS_PRESENTATIONS/GEARY_F.PDF)

KHELIFA, M. R. (2009). EFFET DE L'ATTAQUE SULFATIQUE EXTERNE SUR LA DURABILITÉ DES BÉTONS AUTOPLAÇANTS. UNIVERSITÉ D'ORLÉANS.

LANGELIER, D. (2014). SODIUM SULFATE ATTACK ON CONCRETE: EFFECT ON TRANSPORT PROPERTIES.

LCPC. (2010). PROTECTION ET RÉPARATION DES OUVRAGES ATTEINTS DE RÉACTION DE GONFLEMENT INTERNE DU BÉTON REPERE A [HTTPS://WWW.IFSTTAR.FR/FILEADMIN/USER_UPLOAD/EDITIONS/LCPC/GUIDE TECHNIQUE/GUIDE TECHNIQUE-LCPC-PROGONFLIN.PDF](https://www.ifsttar.fr/fileadmin/user_upload/editions/LCPC/GUIDE TECHNIQUE/GUIDE TECHNIQUE-LCPC-PROGONFLIN.PDF)

- LEKLOU, A.-N., AUBERT, J.-E. ET ESCADEILLAS, G. (2018). INFLUENCE OF VARIOUS PARAMETERS ON HEAT-INDUCED INTERNAL SULPHATE ATTACK. EUROPEAN JOURNAL OF ENVIRONMENTAL AND CIVIL ENGINEERING, 17(3), 141-153. DOI:10.1080/19648189.2012.755338
- LEROUX, A. ET ORSETTI, S. (2000). LES RÉACTIONS SULFATIQUES : CONDITIONS DE FORMATION, STRUCTURE ET EXPANSION DES MINÉRAUX SECONDAIRES SULFATÉS. REPÉRÉ 20 MAI 2019, À [HTTPS://WWW.IFSTTAR.FR/COLLECTIONS/BLPCPDFS/BLPC_225_41-50.PDF](https://www.ifsttar.fr/collections/BLPCPDFS/BLPC_225_41-50.PDF)
- LEWIS, M. CARRINGTON. (1996). HEAT CURING AND DELAYED ETTRINGITE FORMATION IN CONCRETES. MDDEP. (2012). LIGNES DIRECTRICES SUR LA GESTION DES MATIÈRES RÉSIDUELLES ET DES SOLS CONTAMINÉS TRAITÉS PAR STABILISATION ET SOLIDIFICATION.
- NGUYEN, V. H., LEKLOU, A.-N., AUBERT, J.-E. ET MOUNANGA, P. (2013). THE EFFECT OF NATURAL POZZOLAN ON DELAYED ETTRINGITE FORMATION OF THE HEAT-CURED MORTARS. CONSTRUCTION AND BUILDING MATERIALS, 48, 479-484. DOI:10.1016/J.CONBUILDMAT.2013.07.016
- PELLERIN, R. (2017). VALORISATION DES SÉDIMENTS DE DRAGAGE PORTUAIRE AUX ÎLES-DE-LA-MADELEINE.
- PETROV, N. ET TAGNIT-HAMOU, A. (2015). APPROCHE HOLISTIQUE DE LA FORMATION DIFFÉRÉE DE L'ETTRINGITE.
- RAGOU, R. (2016). ATTAQUE SULFATIQUE EXTERNE DES MATERIAUX CIMENTAIRES : IMPACT DE DIFFERENTS FACTEURS AGE, COMPOSITION DU LIANT, PRESENCE DE CHLORURES. REPERE 14 JUIN 2019, A [HTTPS://TEL.ARCHIVES-OUVERTES.FR/TEL-01552785/DOCUMENT](https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01552785/document)
- RAMLOCHAN, T., ZACARIAS, P., THOMAS, M. D. A. ET HOOTON, R. D. (2003). THE EFFECT OF POZZOLANS AND SLAG ON THE EXPANSION OF MORTARS CURED AT ELEVATED TEMPERATURE: PART I: EXPANSIVE BEHAVIOUR. CEMENT AND CONCRETE RESEARCH, 33(6), 807-814. DOI:10.1016/S0008-8846(02)01066-9
- RASHIDI, M. ET PAUL, A. (2015). EVALUATION OF NONLINEAR IMPACT RESONANCE SPECTROSCOPY METHOD FOR DETECTING DELAYED ETTRINGITE FORMATION.
- RIEUSSEC, E. (2008). ANALYSE COMPARATIVE DES DIFFÉRENTS MODES DE GESTION DES SÉDIMENTS DE DRAGAGE EN MILIEUX TERRESTRE ET MARIN. REPERE A [HTTPS://WWW.USHERBROOKE.CA/ENVIRONNEMENT/FILEADMIN/SITES/ENVIRONNEMENT/DOCUMENTS/ESSAIS2008/RIEUSSEC_ERWAN.PDF](https://www.usherbrooke.ca/environnement/fileadmin/sites/environnement/documents/ESSAIS2008/RIEUSSEC_ERWAN.PDF)
- RIVARD-SIROIS, C. (2005). LES SÉDIMENTS C'EST QUOI ? REPERE A [HTTPS://WWW.RAPPEL.QC.CA/IMG/PDF/FICHE_TECHNIQUE_9_-_SEDIMENT.PDF](https://www.rappel.qc.ca/img/pdf/fiche_technique_9_-_sediment.pdf)
- SANTHANAM, M., COHEN, M. D. ET OLEK, J. (2002). MODELING THE EFFECTS OF SOLUTION TEMPERATURE AND CONCENTRATION DURING SULFATE ATTACK ON CEMENT MORTARS. CEMENT AND CONCRETE RESEARCH, 32(4), 585-592. DOI:10.1016/S0008-8846(01)00727-X
- SCHERER, G. W. (2004). STRESS FROM CRYSTALLIZATION OF SALT. CEMENT AND CONCRETE RESEARCH, 34(9), 1613-1624. DOI:10.1016/J.CEMCONRES.2003.12.034
- TIAN, B. ET COHEN, M. D. (2000). DOES GYPSUM FORMATION DURING SULFATE ATTACK ON CONCRETE LEAD TO EXPANSION? CEMENT AND CONCRETE RESEARCH, 30(1), 117-123. DOI:10.1016/S0008-8846(99)00211-2

ANNEXES

• Résultats ESA

- Expansion

Âge (semaines)	4	8	12	16	20	24	28
Moyenne Expansion	0,0031	0,024	0,078	0,136	0,205	0,28	0,35
STDEVE	0,0047	0,0059	0,015	0,028	0,043	0,071	0,027

Tableau 23 : Moyenne expansion ESA.

- Masse

Âge (semaines)	4	8	12	16	20	24
Moyenne	0,017	0,018	0,024	0,026	0,028	0,027
STDEVE	0,0042	0,0041	0,0041	0,0048	0,0054	0,0061

Tableau 24 : Moyenne masse ESA.

- Résistance à la compression

Âge (semaines)	12	20	24
Moyenne	51,0	45,25	41,04
Stdeve	0,66	3,8	8,43

Tableau 25 : Résultats résistance à la compression ESA.

- Résistance à la traction

Âge (semaines)	12	20	32
Moyenne	4,59	4,77	6,05
Stdeve	1,89	1,03	0,32

Tableau 26 : : Résultats résistance à la traction ESA.

- UPV

Âge (semaines)	8	12	16	20	24	31
Moyenne	4169,22	4150,2	4154,47	4113,25	4061,76	3903,28
Stdeve	69,08	16,28	17,21	46,77	96,36	72,76

Tableau 27 : Résultats UPV de ESA.

- Fréquence de résonance

Échantillons ESA	Temps [semaine]	Fréquence de résonance f_0 [Hz]	$D = 5,093(L/d^2)$	Masse (kg)	E_{dyn} (GPa)
ESA-1	4	15367	221,11	0,53	27,83
	8	15715			29,104
	20	14210			23,79
	24	14685			25,41
	32	15190			27,19
ESA-2	4	15070	224,88	0,52	26,99
	8	15707			29,32
	20	15480			28,48
	24	15509			28,58
	32	15650			29,109
ESA-3	4	14896	220,98	0,52	25,75
	8	15687			28,56
	20	15534			28,005
	24	15497			27,87
	32	15630			28,35

Tableau 28: Fréquence de résonance et module d'élasticité dynamique de ESA.

- MEB (12 semaines)

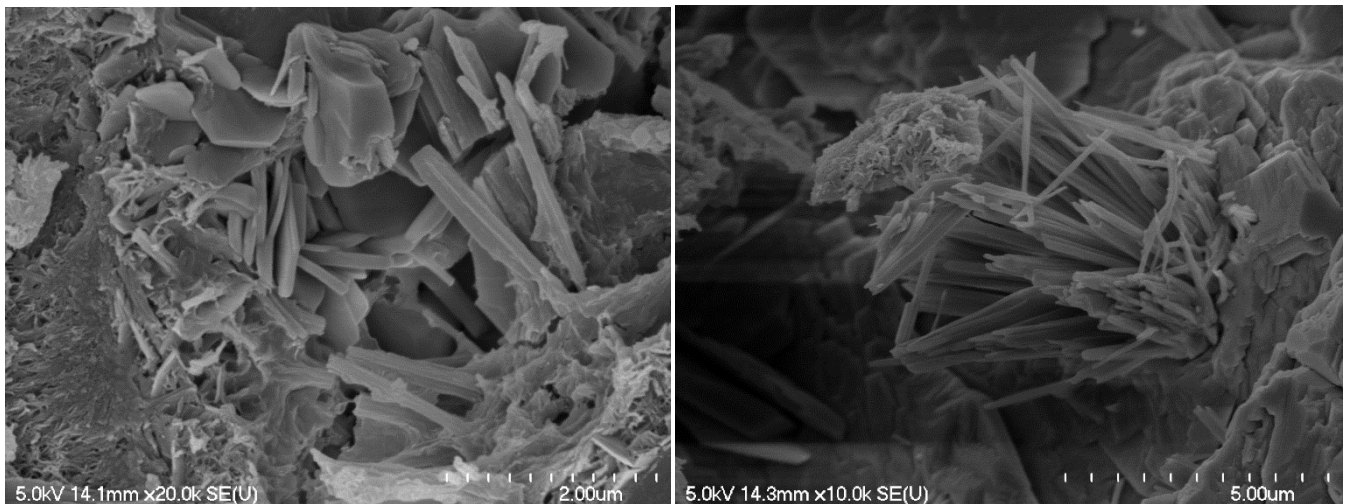


Figure 70: Résultats MEB pour ESA à 12 semaines.

- **Résultats ISA3**

- Expansion

Âge (semaines)	4	8	12	17	20	28
MOYENNE	-0,0042	0,0042	0,0051	0,0084	0,0085	0,0266
STDEVE	0,002	0,005	0,003	0,005	0,005	0,004

Tableau 29 : Moyenne expansion ISA3.

- Masse

Âge (semaines)	4	8	12	17	28
MOYENNE	-0,021	-0,019	-0,022	-0,022	-0,011
STDEVE	0,002	0,003	0,002	0,002	0,003

Tableau 30: Moyenne masse ISA3.

- Résistance à la compression

Âge (semaines)	12	20	28
Moyenne	47,97	41,81	48,89
Stdeve	1,71	2,35	0,88

Tableau 31 : Résultats résistance à la compression ISA3.

- Résistance à la traction

Âge (semaines)	12	20	30
Moyenne	5,37	5,45	5,96
Stdeve	0,5	0,6	0,8

Tableau 32 : Résultats résistance à la traction ISA3.

- UPV

Âge (semaines)	4	8	12	20	30
UPV	3741,69	3833,2	3906,91	3972,62	3900,29
Stdeve	58,19	23,37	39,13	40,01	38,62

Tableau 33: Résultats UPV de ISA3.

- Fréquence de résonance

Échantillons ISA 3%	Temps [semaine]	Fréquence de résonance f_0 [Hz]	$D = 5,093(L/d^2)$	Masse (kg)	E_{dyn} (GPa)
ISA3-1	4	14287	222,39	0,5	22,7
	8	14205			22,44
	16	14980			24,95
	22	14671			23,93
	30	15026			25,11
ISA3-2	4	14083	227,0	0,51	23,09
	8	14254			23,65
	16	14978			26,11
	22	14693			25,13
	30	15000			26,19
ISA3-3	4	14434	223,35	0,5	23,39
	8	14467			23,5
	16	15040			25,4
	22	14871			24,83
	30	15160			25,8

Tableau 34: Fréquence de résonance et module d'élasticité dynamique de ISA3.

- MEB (12 semaines)

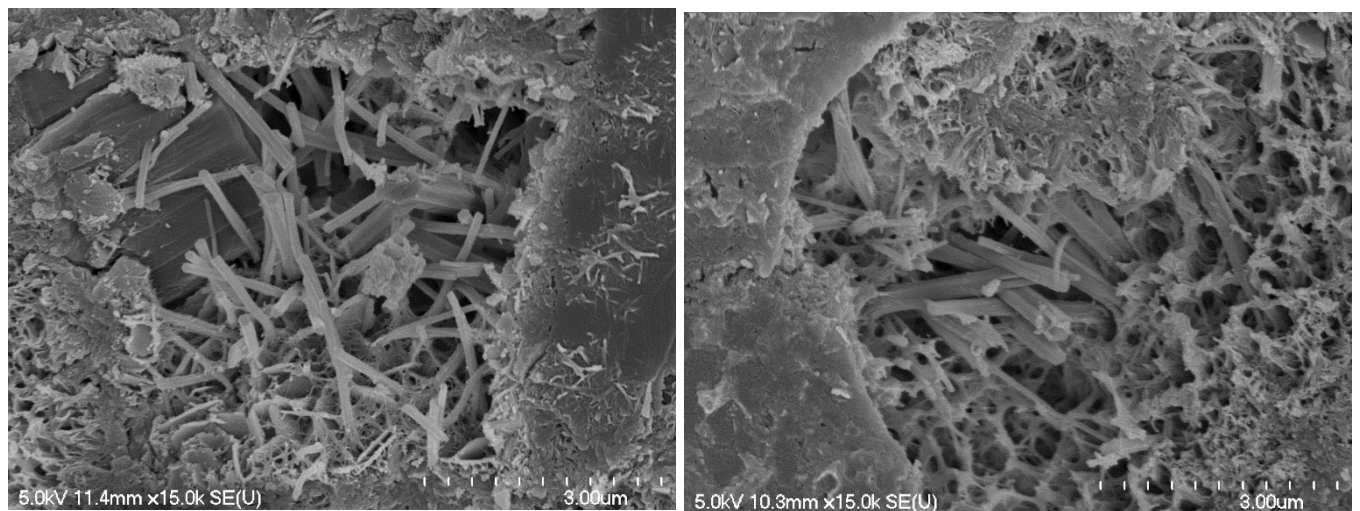


Figure 71: Résultats MEB pour ISA3 à 12 semaines.

- **Résultats ISA5**

- Expansion

Âge (semaines)	4	8	12	16	20	27
Moyenne	-0,0038	0,0127	0,0101	0,016	0,0216	0,042
STDEVA	0,003	0,001	0,002	0,003	0,004	0,005

Tableau 35 : Moyenne expansion ISA5.

- Masse

Âge (semaines)	4	8	12	16	20	27
Moyenne	-0,0275	-0,0206	-0,0265	-0,024	-0,023	-0,0108
STDEVA	0,003	0,003	0,004	0,005	0,004	0,005

Tableau 36: Moyenne masse ISA5.

- Résistance à la compression

Âge (semaines)	12	20	28
Moyenne	46,14	43,14	47,14
Stdeve	0,91	1,33	0,42

Tableau 37: Résultats résistance à la compression ISA5.

- Résistance à la traction

Âge (semaines)	12	20	30
Moyenne	4,57	5,39	5,79
Stdeve	0,07	0,15	0,2

Tableau 38: Résultats résistance à la traction ISA5.

- UPV

Âge (semaines)	4	8	12	20	30
UPV	3826,25	3798,59	3806,97	3869,46	3806,29
Stdeve	38,53	55,28	39,45	64,33	57,21

Tableau 39: Résultats UPV de ISA5.

- Fréquence de résonance

Échantillons ISA 5%	Temps [semaine]	Fréquence de résonance [Hz]	$D = 5,093(L/d^2)$	Masse (kg)	E_{dyn} (GPa)
ISA5-1	4	14262	221,73	0,48	21,79
	8	14414			22,26
	16	14753			23,32
	22	14585			22,79
	30	14960			23,98
ISA5-2	4	14153	227,68	0,5	22,96
	8	14336			23,56
	16	14557			24,29
	22	14493			24,08
	30	14873			25,36
ISA5-3	4	13884	229,52	0,49	22,03
	8	13940			22,21
	16	14230			23,14
	22	14118			22,78
	30	14495			24,015

Tableau 40: Fréquence de résonance et module d'élasticité dynamique de ISA5.

- MEB (12 semaines)

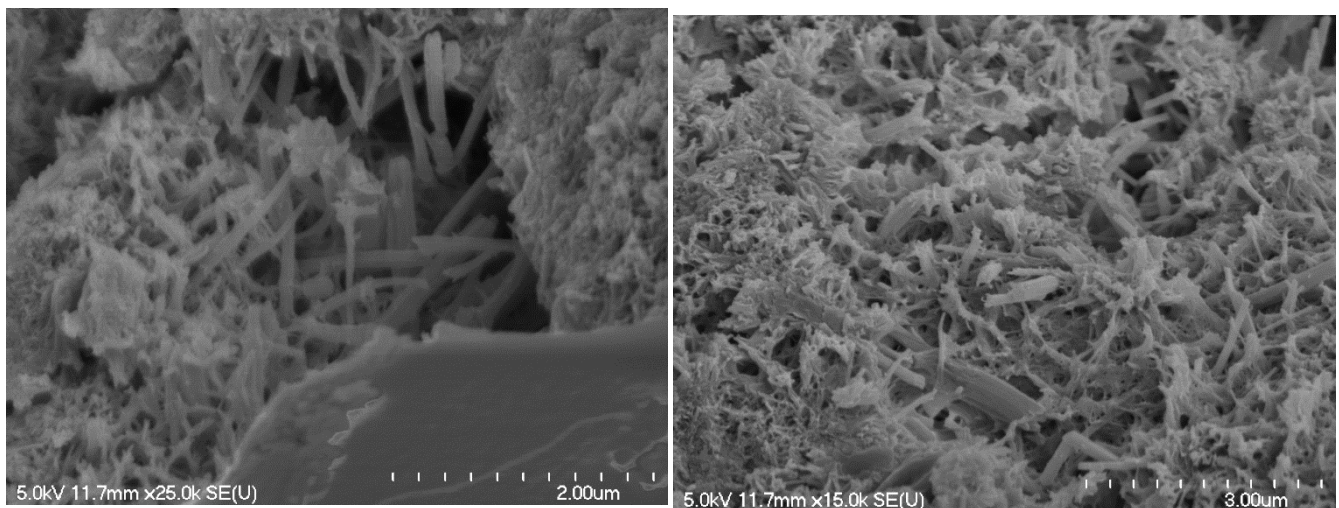


Figure 72: Résultats MEB pour ISA5 à 12 semaines.

- **Résultats ISA10**

- Expansion

Âge (semaines)	4	8	13	16	20	26
Moyenne	-0,0202	0,0094	0,0124	0,019	0,024	0,049
STDEVA	0,002	0,004	0,003	0,002	0,003	0,006

Tableau 41 : Moyenne expansion ISA10.

- Masse

Âge (semaines)	4	8	13	16	20	26
Moyenne	-0,039	-0,027	-0,027	-0,021	-0,026	-0,015
STDEVA	0,004	0,007	0,006	0,005	0,006	0,005

Tableau 42: Moyenne masse ISA10.

- Résistance à la compression

Âge (semaines)	12	20	28
Moyenne	42,7	40,32	45,89
Stdeve	7,06	1,02	0,13

Tableau 43 : Résultats résistance à la compression ISA10.

- Résistance à la traction

Âge (semaines)	12	20	30
Moyenne	4,14	5,01	6,01
Stdeve	0,33	0,12	0,17

Tableau 44: Résultats résistance à la traction ISA10.

- UPV

Âge (semaines)	4	9	12	16	26
UPV	3736,15	3786,1	3740,0	3786,1	3695,32
Stdeve	19,33	25,42	47,46	25,42	23,49

Tableau 45: Résultats UPV de ISA10.

- Fréquence de résonance

Échantillons ISA 10%	Temps [semaine]	Fréquence de résonance [Hz]	$D = 5,093(L/d^2)$	Masse (kg)	E_{dyn} (GPa)
ISA10-1	12	13811	232,62	0,511	21,82
	16	14039			22,54
	22	14547			24,2
ISA10-2	12	14648	229,24	0,502	23,78
	16	14178			22,27
	22	13973			21,63
ISA10-3	12	14687	230,4	0,501	23,97
	16	14219			22,47
	22	14011			21,82

Tableau 46 : Fréquence de résonance et module d'élasticité dynamique de ISA10.